



**Titre:** Agitation de fluides à seuil et de fluides thixotropes  
Title:

**Auteur:** Damien Rauline  
Author:

**Date:** 1998

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Rauline, D. (1998). Agitation de fluides à seuil et de fluides thixotropes [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal]. PolyPublie.  
Citation: <https://publications.polymtl.ca/6842/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/6842/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:**  
Advisors:

**Programme:** Non spécifié  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

AGITATION DE FLUIDES À SEUIL  
ET DE FLUIDES THIXOTROPES

DAMIEN RAULINE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES (M.Sc.A)  
(GÉNIE CHIMIQUE)

JUIN 1998

© Damien Rauline, 1998



National Library  
of Canada

Acquisitions and  
Bibliographic Services

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

Bibliothèque nationale  
du Canada

Acquisitions et  
services bibliographiques

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file Votre référence*

*Our file Notre référence*

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-37459-9

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :  
AGITATION DE FLUIDES À SEUIL  
ET DE FLUIDES THIXOTROPES

présenté par : RAULINE Damien

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès Sciences Appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. PERRIER Michel, Ph.D., président

M. TANGUY Philippe, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. CARREAU Pierre, Ph. D., membre et codirecteur de recherche

M. LEGROS Robert, Ph.D., membre



## REMERCIEMENTS

Je ne pourrais commencer sans sincèrement remercier le Professeur Philippe Tanguy. Il m'a chaleureusement accueilli à la Chaire Paprican-URPEI, et ses suggestions tout autant que ses nombreux contacts m'ont été d'une aide incomparable.

Je voudrais aussi remercier le Professeur Pierre Carreau pour avoir accepté la codirection de cette maîtrise.

Une maîtrise ne se réalise pas seul, je suis bien évidemment redevable à toute l'équipe de l'URPEI, en particulier Francis Thibault, François Bertrand et Richard Labrie, non seulement pour m'avoir bien fait saisir la différence entre "frais" et "frette", mais surtout pour leurs nombreux conseils, que ce soit en génie des procédés, en numérique ou en informatique.

Merci aussi à tous les étudiants, stagiaires et coopérants rencontrés pendant mon séjour à Montréal pour, entre autres, les discussions du café de 10h.

Enfin, je voudrais exprimer toute ma gratitude envers tous ceux qui ont admis que le Mont Saint Michel était situé en Normandie et non en Bretagne (et encore moins à Rivière du Loup).

## RÉSUMÉ

Dans la préparation des sauces de couchage, l'agitation a un rôle central. Il faut réussir à préparer les sauces à l'échelle industrielle tout en maîtrisant le procédé pour ne pas compromettre les qualités du produit final, le papier couché. Le produit de base est complexe : la sauce de couchage est en particulier thixotrope et viscoplastique. L'objectif de ce travail est donc de mieux prédire l'influence de la viscoplasticité et de la thixotropie sur le procédé d'agitation, tant du point de vue de la consommation de puissance que des profils d'écoulement. L'étude est menée en associant des moyens numériques et des moyens expérimentaux et elle est limitée au régime laminaire.

En ce qui concerne la consommation de puissance, les mesures expérimentales, les résultats numériques et les valeurs prédites par le modèle ont montré une excellente concordance tant pour des fluides newtoniens que pour des fluides de type loi de puissance, ou de type Herschel-Bulkley c'est-à-dire viscoplastiques. Ces calculs font appel à  $k_s$ , paramètre nécessaire pour prédire la puissance consommée avec des fluides non newtoniens. Les mesures expérimentales et les résultats numériques ont permis d'établir que dans tous les cas étudiés  $k_s$  est à peu près constant, mais surtout que les variations de  $k_s$  sont insignifiantes au regard de la prédiction de consommation de puissance et de celle des vitesses de cisaillement. Pour des agitateurs raclants, la vitesse de cisaillement moyenne a été reliée à la vitesse de cisaillement maximale par une simple loi valide en régime laminaire. On a aussi montré que les vitesses de cisaillement sont bien proportionnelles à la vitesse de rotation et que les paramètres rhéologiques influent peu sur ces vitesses.

Pour la première fois, des simulations d'agitation de fluides thixotropes ont été réalisées. Les résultats numériques de puissance évoluant avec le temps sont tout à fait similaires à ceux prédits par le modèle. Ces prédictions se sont toutefois révélées sensibles à la valeur du  $k_s$ .

L'étude numérique des profils d'écoulement avec des fluides à seuil a montré que l'agitation de ce type de fluide n'entraîne pas de problèmes particuliers, dès lors que l'agitateur est de type raclant. Il semblerait toutefois qu'avec une ancre, le seuil inhibe le pompage, alors qu'avec le ruban hélicoïdal, le seuil limite le pompage à faible vitesse tandis qu'il le favorise à plus grande vitesse. Des zones solides existant lors de l'agitation des fluides à seuil avec une ancre ou un ruban ont été déterminées. L'existence de ces zones a cependant relativement peu de conséquences sur l'efficacité des mélangeurs. Avec cette étude, on a aussi montré que le nombre d'Herschel-Bulkley est représentatif de l'influence du seuil d'agitation. Parallèlement à ces résultats numériques, des observations expérimentales ont permis d'expliquer certaines mesures de puissance aberrantes : le fluide à seuil étudié est susceptible de se casser et de connaître des phénomènes de glissement, ce que l'étude numérique ne permet pas de déceler.

Enfin, afin de différencier les procédés devant tenir compte ou ne devant pas tenir compte de la thixotropie, un nouveau nombre adimensionnel a été proposé, le nombre de Deborah thixotrope.

## ABSTRACT

In coating color make-down, mixing is an important step. Colors have to be prepared at an industrial scale and process has to be controlled in order not to affect final color properties. Base product is complex: coating color is thixotropic and viscoplastic. The objective of this work is to better predict viscoplastic and thixotropic influence on the mixing process, from both power consumption and flow pattern points of view. This study is carried out thanks to numerical and experimental means, and it is limited to laminar flow regime.

As regards power consumption, experimental measurements, numerical results and predicted values show an excellent agreement with Newtonian, power law and Herschel-Bulkley (i.e. viscoplastic) fluids. Calculations call on  $k_s$ , parameter needed to predict power consumption with non-Newtonian fluids. Experimental measurements and numerical results allow to establish that  $k_s$  is constant, but above all, that  $k_s$  variations are meaningless for power consumption and shear rate predictions. For close clearance agitators, the mean shear rate was related to the maximum shear rate by a simple law, valid in laminar regime. It is also shown that shear rate is proportional to rotation speed, and that rheological parameters do not significantly affect the shear rate.

Numerical simulations of thixotropic fluids are for the first time realised. Time dependent power numerical results are very similar to model predictions. But these predictions are quite sensitive to  $k_s$  value.

The numerical study of flow patterns with yield stress fluids show that no real problem occur, as far as close clearance agitator is used. However, with an anchor, yield stress may limit axial

pumping whereas it may limit at low speed with a ribbon, and improve at higher speed. When mixing yield stress fluid with an anchor or a ribbon, solid zones exist. Their presence is established. But these zones are unlikely to have any repercussions for mixing efficiency. Herschel-Bulkley number is also shown to well describe yield stress influence. Parallel to these numerical results, experimental observations allow to explain some unexpected power measures: the studied yield stress fluid may break and slip, what numerical study can not detect.

Finally, a new adimensional number is proposed, the thixotropic Deborah number. Its interest is to differentiate processes.

# TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT .....	vii
TABLE DES MATIÈRES .....	ix
LISTE DES TABLEAUX.....	xv
LISTE DES FIGURES.....	xvii
LISTE DES SYMBOLES.....	xxii

## CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

1.I. LE COUCHAGE DU PAPIER.....	1
1.II. LA THIXOTROPIE.....	4
1.II.1) Définitions.....	4
1.II.2) Exemples de produits thixotropes.....	6
1.II.3) Causes .....	7
1.II.4) Thixotropie et viscoélasticité.....	9
1.III. AGITATION .....	9
1.III.1) Classification .....	9
1.III.2) Outils d'analyse .....	11
1.III.2.1) Puissance consommée.....	12
1.III.2.2) Temps de mélange et temps de circulation .....	12
1.III.2.3) Profils d'écoulement .....	13
1.III.2.4) Efficacité de mélange .....	13

1.III.2.5) Simulations numériques .....	14
1.IV. OBJECTIFS .....	14

## CHAPITRE 2 : BIBLIOGRAPHIE

2.I. THIXOTROPIE .....	16
2.I.1) Norme ASTM .....	16
2.I.1.1) Description .....	16
2.I.1.2) Commentaires.....	17
2.I.2) Cycles d'hystérèse .....	17
2.I.2.1) Description .....	17
2.I.2.2) Commentaires.....	18
2.I.3) Méthode de Green et Weltman .....	20
2.I.3.1) Description .....	20
2.I.3.2) Commentaires.....	21
2.I.4) Modèles .....	21
2.I.4.1) Modèles de fluides à seuil .....	22
2.I.4.2) Modèles thixotropes avec loi exponentielle .....	23
2.I.4.3) Modèles thixotropes avec paramètre de structure .....	25
2.I.4.4) Modèles thixotropes structurels.....	28
2.I.5) Résumé.....	30
2.II. AGITATION .....	32
2.II.1) Calcul de la puissance .....	32
2.II.1.1) Concept de Metzner et Otto.....	32
2.II.1.2) Approche de Rieger et Novák.....	37

2.II.1.3) Application à la rhéométrie.....	38
2.II.2) Agitation de fluides à seuil.....	40
2.II.2.1) Consommation de puissance.....	40
2.II.2.2) Profils d'écoulement.....	46
2.II.3) Agitation de fluides thixotropes.....	50
2.II.3.1) Exemple d'effet de la thixotropie.....	50
2.II.3.2) Agitation.....	52
2.III. CONCLUSION et OBJECTIFS SPÉCIFIQUES.....	57

### CHAPITRE 3 : MODÉLISATION ET DÉVELOPPEMENTS

3.I. DU PROBLÈME PHYSIQUE AUX ÉQUATIONS MATHÉMATIQUES.....	61
3.I.1) Équations d'échange en régime laminaire isotherme.....	61
3.I.1.1) Équation de continuité.....	61
3.I.1.2) Équation de mouvement.....	61
3.I.1.3) Équation d'état rhéologique.....	61
3.I.2) Conditions limites.....	63
3.II. RÉOLUTION DES ÉQUATIONS PAR LA MÉTHODE DES ÉLÉMENTS	
FINIS.....	65
3.II.1) Formulation variationnelle du problème.....	65
3.II.2) Discrétisation du problème.....	65
3.II.3) Choix des éléments.....	66
3.II.3.1) Géométrie.....	66
3.II.3.2) Approximation.....	67
3.II.4) Résolution du système d'équations.....	68



3.II.5) Méthode des éléments finis virtuels .....	68
3.III. TRAITEMENT DE LA RHÉOLOGIE .....	70
3.III.1) Méthode de décomposition-coordination par lagrangien augmenté .....	70
3.III.2) Solution de l'équation $f = 0$ .....	72
3.III.2.1) Fluide de type loi de puissance .....	72
3.III.2.2) Fluide à seuil .....	72
3.III.2.3) Fluide thixotrope .....	73
3.III.3) Minimisation des fonctions $g$ .....	74
3.III.4) Validation des modules implantés dans Poly3D™ .....	75
3.III.4.1) Comparaison avec des solutions analytiques .....	75
3.III.4.2) Comparaison des deux modèles entre eux .....	77
3.III.4.3) Résultats .....	79
3.IV. OUTILS D'ANALYSE DES RÉSULTATS .....	81
3.IV.1) Puissance consommée .....	81
3.IV.2) Vitesse, cisaillement, contraintes .....	82
3.IV.3) Trajectoires .....	82
3.IV.4) Zones solides .....	83
3.IV.4.1) Description .....	83
3.IV.4.2) Résultats préliminaires .....	84
3.IV.4.3) Commentaires .....	85
3.V. DÉVELOPPEMENTS .....	88
3.V.1) Consommation de puissance .....	88
3.V.1.1) Fluides d'Herschel-Bulkley .....	88
3.V.1.2) Fluides thixotropes .....	91

3.V.2) Nombre de Déborah thixotrope.....	92
3.V.2.1) Nombre de Déborah.....	92
3.V.2.2) Nombre de Déborah thixotrope.....	93

## CHAPITRE 4 : RÉSULTATS

4.I. DESCRIPTION DES EXPERIENCES .....	95
4.I.1) Étude expérimentale .....	95
4.I.2) Numérique.....	99
4.II. CONSOMMATION DE PUISSANCE.....	101
4.II.1) Validation du couplemètre.....	101
4.II.1.1) Géométrie.....	101
4.II.1.2) Développement analytique .....	103
4.II.1.3) Résultats .....	103
4.II.2) Fluides newtoniens .....	106
4.II.2.1) Rhéologie.....	106
4.II.2.2) Résultats .....	107
4.II.3) Fluides de type loi de puissance .....	111
4.II.3.1) Rhéologie.....	111
4.II.3.2) Résultats .....	112
4.II.4) Fluides à seuil.....	118
4.II.4.1) Rhéologie.....	118
4.II.4.2) Résultats .....	121
4.II.5) Bilan .....	125
4.II.6) Fluides thixotropes .....	129

4.II.6.1) Comparaison des résultats numériques et expérimentaux.....	129
4.II.6.2) Choix du nombre de Reynolds.....	134
4.II.6.3) Bilan.....	134
4.III. VITESSES DE CISAILLEMENT.....	135
4.III.1) Ancre .....	135
4.III.2) Ruban .....	139
4.III.2) Bilan.....	142
4.IV. PROFILS D'ECOULEMENT .....	143
4.IV.1) Trajectoires .....	144
4.IV.1.1) Ancre.....	144
4.IV.1.2 ) Ruban.....	153
4.IV.2) Cavernes et zones solides .....	158
4.IV.2.1) Turbine .....	158
4.IV.2.2) Ancre.....	159
4.IV.2.3) Ruban.....	159
4.IV.3) Observations expérimentales .....	162
4.V. CONCLUSION .....	168
RÉFÉRENCES.....	171

## LISTE DES TABLEAUX

### CHAPITRE 2

Tableau 2.1 : Paramètres rhéologiques d'un modèle thixotrope d'une solution de kaolin.....	28
Tableau 2.2 : Valeurs de $K_p$ et $\delta$ pour différents agitateurs.....	42

### CHAPITRE 3

Tableau 3.1 : Comparaison de deux modèles thixotropes ( $\kappa_d = 0$ ) .....	78
Tableau 3.2 : Comparaison de deux modèles thixotropes ( $\kappa_r = 0$ ).....	78

### CHAPITRE 4

Tableau 4.1 : Dimensions des agitateurs .....	96
Tableau 4.2 : Caractéristiques du maillage des agitateurs.....	100
Tableau 4.3 : Géométrie du système Couette.....	101
Tableau 4.4 : Caractéristiques du maillage du système Couette.....	102
Tableau 4.5 : Résultats numériques pour le système Couette .....	105
Tableau 4.6 : Données physiques des mélanges sirop de maïs / eau.....	106
Tableau 4.7 : Résultats numériques et expérimentaux (fluides newtoniens).....	108
Tableau 4.8 : $K_p$ du ruban avec ou sans tiges .....	110
Tableau 4.9 : Tableau d'analyse de la variance, $k_s$ de l'ancre, fluides loi de puissance.....	113
Tableau 4.10 : Tableau d'analyse de la variance, $k_s$ du ruban, fluides loi de puissance.....	114
Tableau 4.11 : Tableau d'analyse de la variance, $k_s$ de la turbine, fluides loi de puissance .....	115
Tableau 4.12 : Analyse de la régression, ancre, fluides à seuil.....	122
Tableau 4.13 : Analyse de la régression, ruban, fluides à seuil .....	123

Tableau 4.14 : Analyse de la régression, turbine, fluides à seuil.....	123
Tableau 4.15 : Influence des variables $N$ , $m$ , $n$ et $\sigma_o$ sur $k_s$ .....	125
Tableau 4.16 : Incertitudes sur le calcul de la puissance .....	128

## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE 1

Figure 1.1 : Coupe d'une feuille de papier couché.....	1
Figure 1.2 : Coucheuse à rouleaux.....	2
Figure 1.3 : Schéma d'une cuisine de couchage.....	4
Figure 1.4 : Variation de la viscosité (suspension de kaolin) .....	5
Figure 1.5 : Agitateurs radiaux (turbines) .....	10
Figure 1.6 : Agitateurs axiaux (hélices) et mixtes (turbine à pales inclinées).....	10
Figure 1.7 : Agitateurs de proximité (ruban, ruban-vis, vis, ancre).....	11
Figure 1.8 : Mélangeur statique .....	11
Figure 1.9 : Temps de mélange et temps de circulation.....	12

### CHAPITRE 2

Figure 2.1 : Méthode ASTM .....	17
Figure 2.2 : Boucle d'hystérèse.....	18
Figure 2.3 : Boucles d'hystérèse simulées .....	19
Figure 2.4 : Détermination du coefficient $B_{GW}$ de thixotropie .....	20
Figure 2.5 : Détermination du coefficient $M_{GW}$ de thixotropie .....	21
Figure 2.6 : Modèle du premier ordre.....	24
Figure 2.7 : Modèle de Maxwell-Jeffrey.....	29
Figure 2.8 : Modèle de Burgers .....	30
Figure 2.9 : $N_p$ vs. $Re$ pour un fluide newtonien, courbe maîtresse.....	33
Figure 2.10 : Obtention de la viscosité de procédé.....	34

Figure 2.11 : Obtention de la vitesse de cisaillement apparente, $\dot{\gamma}_e$ .....	34
Figure 2.12 : Évolution de $k_s$ en fonction du nombre de Bingham .....	44
Figure 2.13 : Représentation schématique d'un mélangeur planétaire .....	46
Figure 2.14 : Cavernes pour un agitateur radial et un agitateur axial .....	46
Figure 2.15 : Écoulement en capillaire.....	51
Figure 2.16 : Échelon vers une vitesse inférieure.....	52
Figure 2.17 : Échelon vers une vitesse supérieure .....	52
Figure 2.18 : Méthode de calcul de la puissance pour un fluide thixotrope.....	53
Figure 2.19 : Comparaison calculs/mesures du couple.....	56
Figure 2.20 : Approximation avec valeurs d'équilibre .....	57

### CHAPITRE 3

Figure 3.1 : Conditions limites .....	64
Figure 3.2 : Discrétisation du domaine $\Omega$ .....	66
Figure 3.3 : Exemples d'éléments tétraédriques .....	67
Figure 3.4 : Schéma du maillage du ruban hélicoïdal.....	69
Figure 3.5 : Méthode de Newton-Raphson.....	71
Figure 3.6 : Évolution du seuil d'un fluide thixotrope avec le temps.....	73
Figure 3.7 : Algorithme de minimisation.....	74
Figure 3.8 : Écoulement de Poiseuille.....	76
Figure 3.9 : Conditions limites et géométrie d'une validation .....	79
Figure 3.10 : Profil de vitesse d'un fluide thixotrope dans une conduite circulaire (restructuration seule, $k_1=0$ ) .....	80
Figure 3.11 : Surface du maillage .....	81

Figure 3.12 : Géométrie de la cavité.....	84
Figure 3.13 : Zone solide en fonction du nombre de convergences.....	85
Figure 3.14 : Allure du schéma de convergence.....	86
Figure 3.15 : Temps de relaxation pour un fluide visco-élastique .....	92

## CHAPITRE 4

Figure 4.1 : Agitateurs .....	97
Figure 4.2 : Montée et descente en vitesse.....	98
Figure 4.3 : Obtention des moyennes de couple et de vitesse .....	99
Figure 4.4 : Différences entre l'ancre maillée et l'ancre réelle .....	99
Figure 4.5 : Géométrie du système Couette.....	102
Figure 4.6 : Procédure de mesure du couple.....	104
Figure 4.7 : Couples analytique et expérimental pour le système Couette .....	104
Figure 4.8 : Viscosités des mélanges sirop de maïs / eau .....	107
Figure 4.9 : Courbes de puissance pour les fluides newtoniens.....	107
Figure 4.10 : Comparaison des $K_p$ obtenus expérimentalement, numériquement et par les corrélations .....	110
Figure 4.11 : Incorporation de la poudre .....	111
Figure 4.12 : Viscosités des solutions de Xanthane .....	111
Figure 4.13 : Évolution du $k_s$ en fonction de $n$ .....	113
Figure 4.14 : Évolution du $k_s$ expérimental en fonction du nombre de Reynolds ( $n=0,16$ ) ...	115
Figure 4.15 : Courbe de puissance pour l'ancre.....	116
Figure 4.16 : Courbe de puissance pour le ruban.....	117
Figure 4.17 : Viscosité de la solution à 0,5% en Carbopol .....	118



Figure 4.18 : Viscosité de la solution à 1,5% en Carbopol .....	120
Figure 4.19 : Glissement à la paroi et cassure.....	120
Figure 4.20 : Courbe de puissance pour l'ancre, fluides à seuil.....	124
Figure 4.21 : Courbe de puissance pour le ruban.....	125
Figure 4.22 : Dimensions de l'ancre de Šesták et Houska (en mm) .....	130
Figure 4.23 : Puissance d'agitation avec un fluide thixotrope .....	131
Figure 4.24 : Puissance d'agitation de fluides thixotropes, résultats expérimentaux et numériques.....	132
Figure 4.25 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, cas de l'ancre, N=10 rpm.....	136
Figure 4.26 : Profil de vitesse de cisaillement dans l'entrefer, ancre, N=10 rpm .....	136
Figure 4.27 : Profil de vitesse de cisaillement, sans lame, ancre, N=10 rpm .....	137
Figure 4.28 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ancre, N=3 rpm.....	138
Figure 4.29 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ancre, N=100 rpm.....	139
Figure 4.30 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ruban, N=10 rpm.....	139
Figure 4.31 : Profil de vitesse de cisaillement, entrefer, ruban, N=10 rpm .....	140
Figure 4.32 : Profil de vitesse de cisaillement, entrefer, ruban, N=100 rpm .....	141
Figure 4.33 : Profil de vitesse de cisaillement, sans lame, ruban, N=100 rpm .....	142
Figure 4.34 : Influence du seuil sur les trajectoires, N = 3 rpm, ancre.....	145
Figure 4.35 : Influence du seuil sur les trajectoires, N = 10 rpm, ancre.....	146
Figure 4.36 : Influence du seuil sur les trajectoires, N = 100 rpm, ancre.....	147
Figure 4.37 : Influence du seuil sur les trajectoires, n=1, N=10 rpm, ruban.....	149
Figure 4.38 : Influence du seuil, n=0,46, N=10 rpm, ruban .....	150
Figure 4.39 : Influence du seuil, N =100 rpm, ruban, n=1 .....	151
Figure 4.40 : Influence du seuil, N=100 rpm, ruban, n=0,46 .....	152

Figure 4.41 : Vitesses axiales, ruban, $N=10$ rpm.....	155
Figure 4.42 : Vitesses axiales, ruban, $N=100$ rpm .....	156
Figure 4.43 : Caverne avec la turbine.....	158
Figure 4.44 : Zones solides avec l'ancre, $N=3$ et $10$ rpm .....	160
Figure 4.45 : Zones solides, ruban, $N = 100$ rpm, seuil = $410$ Pa.....	161
Figure 4.46 : Phénomène de cassure avec l'ancre, $N=3$ rpm .....	163
Figure 4.47 : Phénomène de cassure avec l'ancre, $N=22$ rpm .....	164
Figure 4.48 : Phénomène de cassure avec le ruban, $N=3$ rpm et $N=22$ rpm .....	166

## LISTE DES SYMBOLES

Remarque : La liste des symboles utilisés pour l'analyse statistique se trouve à la fin de cette section.

Symbole	Description	Unité
a	paramètre des modèles thixotropes	[—]
a <sub>b</sub>	constante de la corrélation de Beckner et Smith	[—]
A	paramètre du modèle de Robertson et Stiff	Pa.s <sup>n</sup>
b	paramètre des modèles thixotropes	[—]
B	temps caractéristique de l'équation (2.17)	s
B <sub>CMY</sub>	constante de la corrélation de Calderbank et Moo-Young	[—]
B <sub>GW</sub>	coefficient de déstructuration thixotrope (Green et Weltman)	[—]
c	paramètre des modèles thixotropes	[—]
C	entrefer (lame, ruban) ou distance entre le fond de la cuve et la turbine	m
C <sub>RS</sub>	paramètre du modèle de Robertson et Stiff	s <sup>-1</sup>
d	paramètre des modèles thixotropes	[—]
D	diamètre de l'agitateur	m
D <sub>1</sub>	diamètre de l'axe d'attache de la turbine	m
D <sub>a</sub>	diamètre de l'arbre	m
D <sub>c</sub>	diamètre du disque de la turbine ou du cylindre du système Couette	m
D <sub>cav</sub>	diamètre de la caverne	m
c <sub>ww</sub>	constante de la corrélation de Wichterle et Wein	[—]
e	épaisseur de lame (ancres, ruban, turbine)	m
G	module élastique. modèles de Maxwell-Jeffrey et Burgers	Pa
G <sub>i</sub>	module élastique instantané, modèle de Burgers	Pa
H	hauteur de fluide dans la cuve	m
H <sub>1</sub>	hauteur de la première barre d'attache du ruban ou de celle de l'ancre	m
H <sub>2</sub>	hauteur de la deuxième barre d'attache du ruban	m

Symbole	Description	Unité
$H_c$	hauteur du cylindre du système Couette	m
$H_{cav}$	hauteur de la caverne	m
$H_r$	hauteur de l'ancre ou du ruban	m
$k$	paramètre du modèle de Magnin	$s^{n+1}$
$k_d$	constante cinétique de déstructuration (équation 2.18)	$s^{a-1}$
$k_r$	constante cinétique de restructuration (équation 2.18)	$s^{b-1}$
$k_s$	constante de cisaillement	[—]
$k'_s$	constante de l'équation (2.42)	[—]
$K$	indice de consistance	$Pa.s^n$
$K_o$	indice de consistance du modèle thixotrope exponentiel (3.8)	$Pa.s^{n_o}$
$K_e$	indice de consistance du modèle thixotrope exponentiel (3.7)	$Pa.s^{n_o}$
$K_p$	constante de puissance d'agitation	[—]
$L$	longueur du tube (écoulement de Poiseuille)	m
$L_p$	longueur des pales de la turbine	m
$M_{GW}$	coefficient de déstructuration thixotrope (Green et Weltman)	[—]
$M$	couple	N.m
$M_o$	limite du couple lorsque la vitesse de rotation tend vers 0	N.m
$n$	indice de la loi de puissance	[—]
$n_o$	indice de rhéofluidifiante du modèle thixotrope exponentiel (3.8)	[—]
$n_e$	indice de rhéofluidifiante du modèle thixotrope exponentiel (3.7)	[—]
$n_{el}$	nombre d'éléments	[—]
$n_f$	nombre de révolutions du ruban	[—]
$n_n$	nombre de nœuds	[—]
$p$	pression	Pa
$p_E$	exposant de la corrélation d'Elson et al.	[—]
$P$	puissance	W

Symbole	Description	Unité
$P_o$	pression à l'entrée du tube (écoulement de Poiseuille)	Pa
$P_1$	paramètre du modèle d'Atzeni	Pa
$P_2$	paramètre du modèle d'Atzeni	Pa
$P_3$	paramètre du modèle d'Atzeni	Pa
$P_i$	pas du ruban	m
$P_L$	pression à la sortie du tube	Pa
$r$	rayon	m
$R$	rayon maximal	m
$t$	temps	s
$t_1$	temps caractéristique des modèles de Costil, Atzeni, et De Kee Turcotte	s
$t_2$	temps caractéristique des modèles de Costil et Atzeni	s
$t_3$	temps caractéristique des modèles de Costil et Atzeni	s
$t_c$	temps de circulation	s
$t_m$	temps de mélange	s
$t_R$	temps de retard, modèles de Maxwell-Jeffrey et Burger	s
$T$	diamètre de la cuve	m
$T_1$	temps caractéristique de l'équation (2.17)	s
$T^\circ$	température	°C
$\underline{v}$	vecteur vitesse	m.s <sup>-1</sup>
$v_\theta, v_r, v_z$	composantes du vecteur vitesse en coordonnées cylindriques	m.s <sup>-1</sup>
$W$	largeur de lame	m
$z$	hauteur	m

## SYMBOLES GRECS :

Symbole	Description	Unité
$\alpha$	temps caractéristique du modèle de Magnin et de l'équation (2.17)	s
$\beta$	constante utilisée par Nagata (équation (2.54))	[—]
$\delta$	constante utilisée par Nagata (équation (2.60))	[—]
$\underline{\underline{\delta}}$	tenseur auxiliaire de la méthode de décomposition-coordination	$s^{-1}$
$\Delta K$	paramètre des modèles thixotropes	$\text{Pa.s}^n$
$\Delta\sigma$	paramètre des modèles thixotropes	Pa
$\dot{\gamma}$	vitesse de cisaillement (ou de déformation)	$s^{-1}$
$\dot{\gamma}_e$	vitesse de cisaillement apparente ou de procédé	$s^{-1}$
$\underline{\underline{\dot{\gamma}}}$	tenseur des vitesses de cisaillement	$s^{-1}$
$\eta_0$	paramètre du modèle de Bingham ou de Casson	$\text{Pa.s}$
$\eta_1$	paramètre du modèle de De Kee Turcotte	$\text{Pa.s}$
$\eta_\infty$	paramètre de la loi de Casson généralisée	$\text{Pa.s}$
$\eta_e$	viscosité apparente ou de procédé	$\text{Pa.s}$
$\eta_r$	viscosité relative, modèle de Quemada	$\text{Pa.s}$
$\eta_{r0}$	viscosité limite à cisaillement élevé	$\text{Pa.s}$
$\eta_{r\infty}$	viscosité limite à cisaillement nul	$\text{Pa.s}$
$\varphi_i$	fonction d'approximation	
$\kappa$	temps de relaxation	s
$\lambda$	paramètre de structure	[—]
$\lambda_0$	valeur initiale du paramètre de structure	[—]
$\lambda_c$	paramètre du modèle de Tiu-Boger	[—]
$\mu$	viscosité	$\text{Pa.s}$
$\mu_1$	viscosité à petite vitesse (norme ASTM)	$\text{Pa.s}$
$\mu_2$	viscosité à grande vitesse (norme ASTM)	$\text{Pa.s}$

Symbole	Description	Unité
$\mu_3$	viscosité après repos (norme ASTM)	Pa.s
$\rho$	masse volumique	kg.m <sup>-3</sup>
$\sigma$	contrainte de cisaillement	Pa
$\underline{\sigma}$	tenseur des contrainte de cisaillement	Pa
$\sigma_0$	contrainte seuil	Pa
$\sigma_1$	paramètre du modèle de Costil	Pa
$\sigma_2$	paramètre du modèle de Costil	Pa
$\sigma_{ge}$	contrainte à l'équilibre	Pa
$\sigma_{go}$	contrainte au temps initial	Pa
$\sigma_R$	contrainte à la paroi (écoulement de Poiseuille)	Pa
$\sigma_\infty$	paramètre du modèle de Costil	Pa
$\Omega$	volume du domaine	m <sup>3</sup>

#### NOMBRES ADIMENSIONNELS :

Symbole	Nom et formule
Bi	nombre de Bingham = $\sigma_0 / (\eta_0 N)$
De	nombre de Déborah = temps caractéristique fluide / temps caractéristique procédé
HB	nombre d'Herschel-Bulkley = $\sigma_0 / (N^a K)$
He	nombre d'Hedström = $\sigma_0 \rho D^2 / \eta_0^2$
$N_p$	nombre de puissance = $P / (\rho N^3 D^5)$
$N_{p0}$	nombre de puissance dans le cas $\sigma_0 = 0$
Re	nombre de Reynolds d'agitation = $\rho N D^2 / \mu$
Re''	nombre de Reynolds utilisé par Nagata = $\rho N D^2 / \eta_0$
Re <sub>b</sub>	nombre de Reynolds Bingham = $\rho N D^2 / (K + \sigma_0 / N)$
Re <sub>g</sub>	nombre de Reynolds généralisé = $\rho N D^2 / \eta_e$

Symbole	Nom et formule
$Re_{hb}$	nombre de Reynolds Herschel-Bulkley = $\rho N^{2-n} D^2 / (K + \sigma_o / N^n)$
$Re_{lp}$	nombre de Reynolds loi de puissance = $\rho N^{2-n} D^2 / K$

## ANALYSE STATISTIQUE :

Symbole	Description
$a_i$	paramètre du modèle $y_i = a_o + \sum_{j=1}^k a_j x_{ij}$
$b_i$	erreur type associée à $a_i = \sqrt{c_{ii} MS_{err}}$
$c_{ii}$	élément diagonal de la matrice $(X^+X)^{-1}$
$DF_{err}$	nombre de degrés de liberté associé à l'erreur = $N-1-k$
$DF_{mod}$	nombre de degrés de liberté associé au modèle = $k$
$F$	test d'hypothèse = $MS_{mod} / MS_{err}$
$k$	ordre du modèle
$MS_{err}$ (ou mod)	carrés moyens = $MS / DF$
$N$	nombre d'essais
$SS_{err}$	variation résiduelle (erreur) = $\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2$
$SS_{mod}$	variation résiduelle (expliquée par le modèle) = $\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2$
$t$	test d'hypothèse = $a_i / b_i$
$x_{ij}$	valeur de la variable $j$ de l'essai $i$
$X$	matrice des $x_{ij}$
$\bar{y}$	valeur moyenne des réponses $y_i$
$y_i$	réponse à l'essai $i$
$\hat{y}_i$	valeur prédite par le modèle



# CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

## 1.1. LE COUCHAGE DU PAPIER

Le papier ordinaire tel que le papier journal a une surface rugueuse et possède un caractère hydrophile assez marqué. Ces deux caractéristiques ont un effet négatif sur l'impression que l'on essaie de compenser en "couchant" le papier. En l'an 2000, on estime à 16% la consommation de papier couché par rapport à l'ensemble des qualités de papier [Ullmann 1991]. La compagnie Kruger, par exemple, a décidé de doubler sa production de papier couché à partir de 1997 [Pulp and Paper 1995].

Le couchage consiste à appliquer sur le papier brut une fine couche de suspension de pigments appelée sauce de couchage. On améliore ainsi les qualités optiques (opacité, blancheur, brillance), mécaniques et l'imprimabilité.

On peut remarquer sur la Figure 1.1 représentant une coupe d'une feuille de papier, que la face supérieure, couchée, est beaucoup plus régulière que la face inférieure, non couchée.



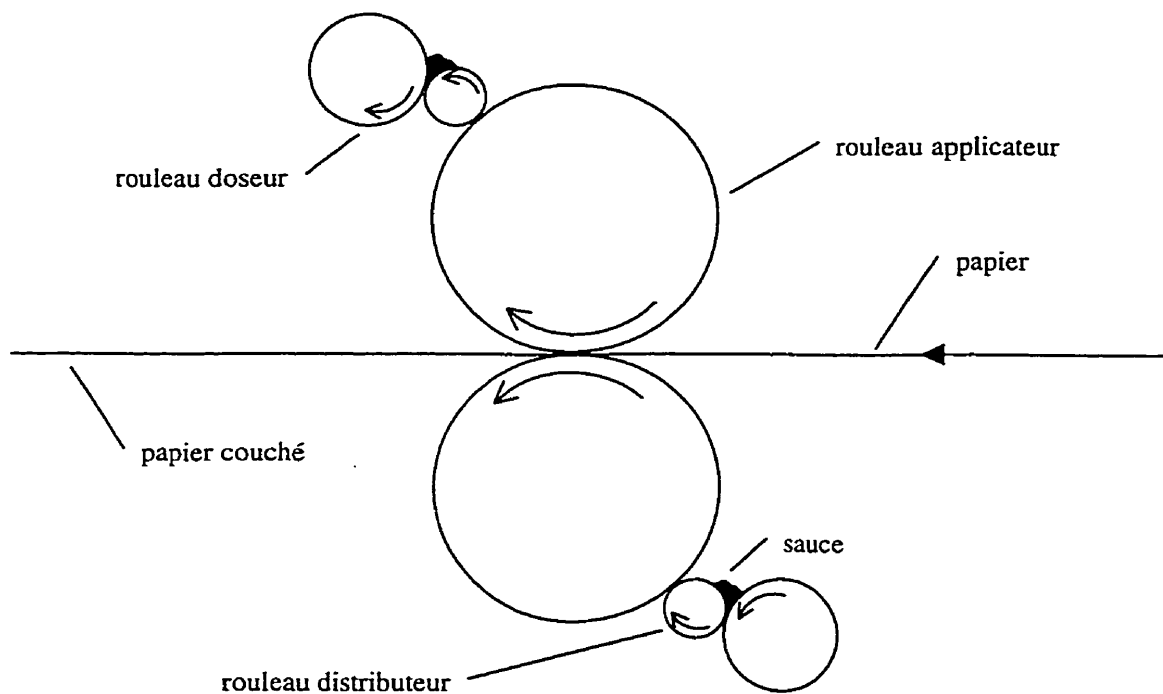
*Figure 1.1 : Coupe d'une feuille de papier couché*

Les différents procédés de couchage peuvent être classés en deux grandes catégories : les procédés sans lame, et les procédés avec lame.

Dans le premier cas, parmi d'autres technologies possibles (coucheuse à barre rotative par exemple), la sauce est déposée sur le papier par l'intermédiaire de deux rouleaux applicateurs alimentés par des rouleaux doseurs (voir Figure 1.2).

Les procédés à lame quant à eux consistent à enduire le papier de sauce et à enlever l'excès avec une lame.

De nombreuses variantes de ces deux types de procédés existent (voir par exemple [Casey 1983] ou [Vidal 1996]).



*Figure 1.2 : Coucheuse à rouleaux (d'après [Casey 1983])*

La sauce de couchage (ou bain de couchage) est un mélange d'eau, de pigments (argile,  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{TiO}_2$ ), de liants (latex, amidon) et d'additifs (dispersants, ajusteurs de viscosité ou agent de rétention d'eau comme la CMC). La formulation peut ainsi compter plus d'une dizaine de

constituants. La concentration massique de la suspension est comprise entre 50 et 70%.

Cette formulation (suspension et polymères) rend la rhéologie de ce fluide très complexe [Tanguy 1994] : il est tout à la fois rhéofluidifiant, rhéoépaississant, viscoélastique, viscoplastique, et finalement, thixotrope [Carreau 1993 a].

Sa préparation se fait dans une cuisine de couchage, série de cuves de mélange, (voir Figure 1.3) principalement en trois étapes :

- ♦ la dispersion des pigments dans l'eau au moyen d'un agitateur tournant à grande vitesse ;
- ♦ le mélange des autres ingrédients (liants, additifs) ;
- ♦ une homogénéisation finale.

Le mélange est une opération importante. L'ordre d'incorporation [Mäkinen 1992] ou le degré d'homogénéisation influent sur les qualités finales de la sauce de couchage.

Les caractéristiques rhéologiques complexes de la sauce peuvent également provoquer des zones mortes ou des cavernes. Ces mouvements inhabituels de fluide peuvent aussi avoir des conséquences sur la qualité du produit final [Tanguy 1994].

On peut donc se demander si, parmi toutes les caractéristiques complexes des sauces de couchage, leur caractère thixotrope a une influence sur le mélange.

Mais arrêtons-nous tout d'abord pour définir ce que l'on entend par thixotropie, et par mélange.

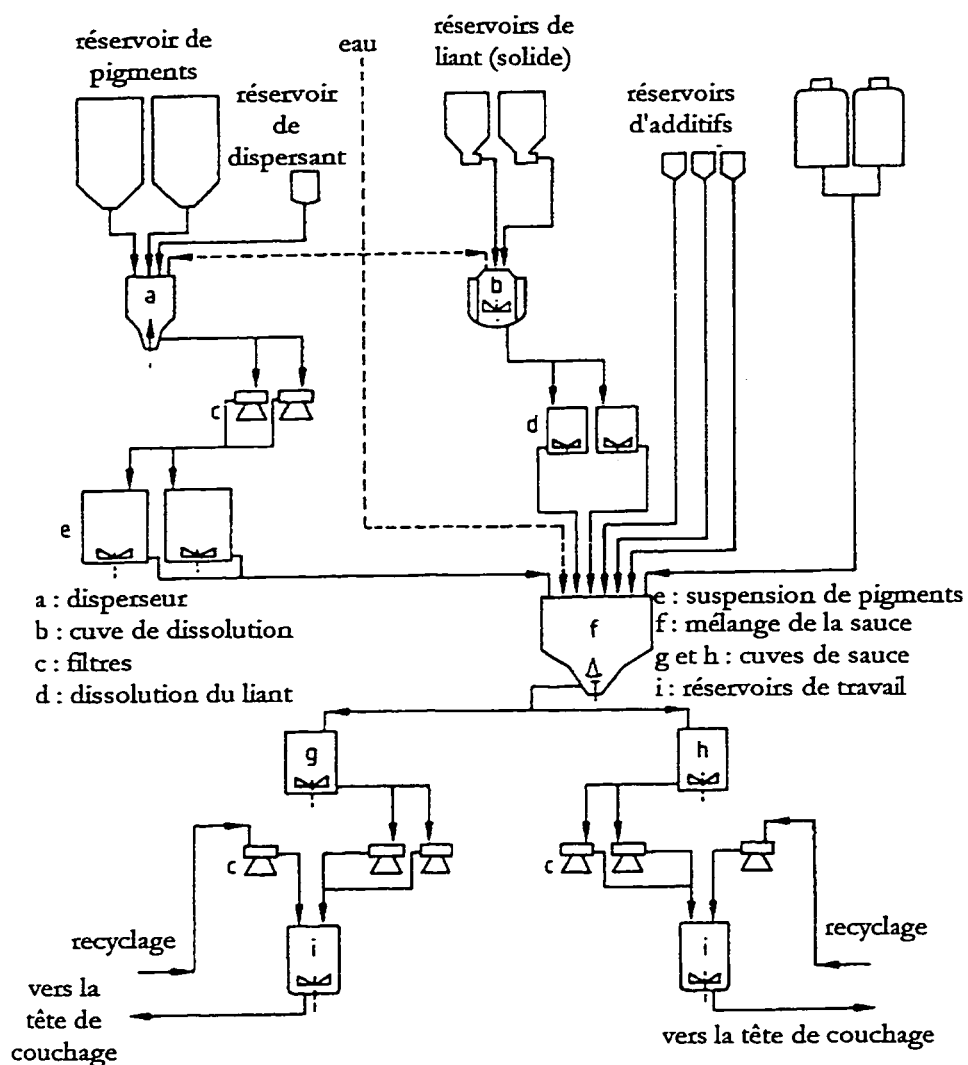


Figure 1.3 : Schéma d'une cuisine de couchage [Ullmann 1991]

## 1.II. LA THIXOTROPIE

### 1.II.1) Définitions :

A l'origine, le terme de thixotropie a été proposé pour un phénomène bien particulier [Bauer 1967]. On avait observé que des suspensions aqueuses d'oxyde de fer sous forme de gel pouvaient

devenir liquides sous l'effet de l'agitation, et ce, de façon isotherme. En arrêtant cette agitation et après une période de repos, la suspension reprenait sa forme initiale de gel [Schalek 1923].

Peterfi inventa le mot thixotropie, repris et introduit dans la littérature scientifique par Freundlich et Bircumshaw [Freundlich 1926]. Le mot est une combinaison de deux mots grecs : thixis, action de toucher et tropos, tour.

Depuis les années 20, la signification a évolué. On s'entend maintenant pour dire qu'un matériau est thixotrope (ou thixotropique) si "après que l'échantillon a été au repos pendant une assez longue période, sa viscosité diminue avec le temps lorsqu'une vitesse de cisaillement est appliquée, et si ce changement est totalement réversible" [Mewis 1994].

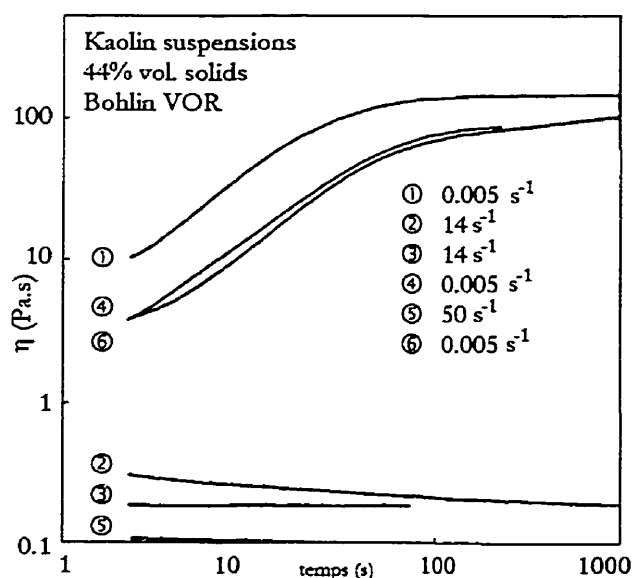


Figure 1.4 : Variation de la viscosité (suspension de kaolin) [Carreau 1993 a]

Si les modifications sont irréversibles, on utilise le terme de fausse thixotropie.

On peut également trouver le phénomène inverse : la viscosité augmente avec le temps. C'est un phénomène plus rare, et il est appelé antithixotropie ou thixotropie négative. Quoique très souvent utilisé comme synonyme, pour certains auteurs le terme de rhéopexie n'implique pas le

même comportement [Cheng 1965].

Inventé par Freundlich et Juliusberger [Freundlich 1935], il caractérise des fluides qui se restructurent plus rapidement à faible vitesse de cisaillement qu'au repos. Ainsi une solution de gypse à 42% se resolidifie en 40 minutes au repos après agitation, mais en 20 secondes sous l'effet d'un cisaillement modéré. Le phénomène est inverse à celui de la thixotropie. Mais au-delà d'une valeur critique de cisaillement, il y a désorganisation de la structure, donc diminution de la viscosité, c'est-à-dire comportement thixotrope.

Il a été observé par exemple, pour des suspensions de bentonite, de pentoxyde de vanadium ou d'oléate d'ammonium [Midoux 1988].

Le mot clé de ces définitions est donc "temps" : la thixotropie est un phénomène dépendant du temps.

Il faut noter que thixotropie est quelquefois abusivement employée pour rhéofluidifiante, c'est-à-dire chute de viscosité avec augmentation du cisaillement, mais sans effet temporel. La confusion existe dans certaines publications antérieures aux années 1960, et encore aujourd'hui dans le milieu industriel.

#### 1.II.2) Exemples de produits thixotropes :

Un exemple typique est la peinture. Au repos, lorsque l'on ouvre un pot, le fluide est très visqueux. Après agitation, la peinture devient beaucoup plus fluide pour permettre son application. Après quelques heures la peinture restant dans le pot aura repris sa forme initiale, c'est-à-dire très visqueuse.

Mais des centaines d'autres produits ont un comportement thixotrope ou faussement thixotrope. Sans vouloir être exhaustif, on peut les classer de la façon suivante [Mewis 1979] :

- ◆ pétrole brut et produits pétroliers ;
- ◆ graisses et cires ;
- ◆ dispersions de :
  - pigments : peintures [Hall 1987] ;  
encres d'imprimerie [Blayo 1994], [Heymann 1996] ;
  - fibres ;
  - produits minéraux : céramiques ;  
ciment, béton [Legrand 1989] ;  
boues de bentonite [Legrand 1989] ;  
sauces de couchage ;
- ◆ produits alimentaires : [Maingonnat 1994]
  - produits laitiers : yoghourt ;  
fromage frais ;  
crème dessert ;
  - sauce béchamel ;
  - mayonnaise [Zhang 1996] ;
  - ketchup ;
  - sauces pour salades ;
  - chocolat ;
  - confitures ;
  - amidon de maïs [Breton-Dollet 1996] ;
- ◆ caoutchoucs et élastomères ;
- ◆ sels fondus ;

Ce sont donc pour la plupart des systèmes hétérogènes contenant une phase finement dispersée, et par conséquent colloïdaux. Pour ces fluides, la viscosité peut chuter jusqu'à 50% (solution de laponite [Edwards 1976]). Les échelles de temps sont très variables selon les fluides et les vitesses de cisaillement : il faut plusieurs heures à une sauce à salade pour revenir à son état initial après agitation [Godfrey 1974].

### 1.II.3) Causes :

A quoi est due la thixotropie ? Pour expliquer ce phénomène, on propose le mécanisme

suivant [Mewis 1994 et 1979][Barnes 1997] :

Des forces physiques tendent à associer les éléments constitutifs de la solution, soit des molécules, des agrégats de molécules ou des petites particules. Les forces de liaison mises en jeu sont assez faibles, et sous le cisaillement, les forces hydrodynamiques deviennent assez importantes pour rompre ces liaisons. La taille des groupes de particules ou molécules diminue et le mouvement du fluide est facilité : la viscosité décroît.

Mais d'un autre côté, les collisions de ces petits éléments causées par le cisaillement tendent à reformer ces liens. Il y a donc compétition entre désorganisation, c'est-à-dire rupture des liaisons et réorganisation de la structure. On peut ainsi observer un équilibre lorsque ces deux vitesses sont égales, comme lors d'une réaction équilibrée [Midoux 1988].

On pourrait tout aussi bien appliquer ce raisonnement à un fluide rhéofluidifiant.

La différence provient de la lenteur des processus. Ils ne sont pas instantanés. Ainsi la variable temps apparaît. Plusieurs phénomènes peuvent expliquer cette lenteur, entre autres :

- la forme des particules qui peut réduire leur vitesse ;
- ♦ la viscosité importante de la phase dispersante ;
- ♦ l'existence de forces de répulsion.

Il faut aussi noter que la présence d'une structure initiale, modifiée par le cisaillement, est également responsable d'un seuil d'écoulement.

Un fluide à seuil se comporte de la façon suivante : si l'on exerce une contrainte supérieure à une contrainte donnée, la contrainte seuil, le fluide s'écoule. Dans le cas contraire, le fluide se comporte comme un solide. Un exemple typique est le dentifrice. Sur une brosse à dent, soumis à la seule contrainte qu'est son poids, le dentifrice ne s'écoule heureusement pas (au moins à température ambiante). Pourtant, lorsqu'on appuie sur le tube, le dentifrice en sort, réagissant



comme un fluide : la contrainte résultant de l'action sur le tube est supérieure à la contrainte seuil.

#### 1.II.4) Thixotropie et viscoélasticité :

Un autre phénomène est lui aussi dépendent du temps : la viscoélasticité. On peut distinguer ces deux comportements [Baravian 1995] :

- ♦ les effets viscoélastiques concernent les faibles déformations, la structure du produit n'est pas changée,
- ♦ les effets thixotropes sont plus lents, et s'accompagnent d'un changement de structure.

La plupart du temps, les deux comportements sont présents en même temps [Mewis 1994] mais c'est l'importance de l'un par rapport à l'autre qui fait que l'on parle de fluide thixotrope ou de fluide viscoélastique.

### 1.III. AGITATION

#### 1.III.1) Classification :

L'agitation est une opération très courante en génie des procédés. Elle consiste à “réduire le degré de non-uniformité, ou gradient d'une propriété dans un système telle que la concentration, la viscosité, la température...” [Coulson 1990].

Courante, elle est par conséquent très diversifiée. Il peut s'agir de mélanger plusieurs liquides miscibles ou immiscibles pour mener à une émulsion. On peut mélanger un liquide avec un gaz ou avec un solide ou bien les trois. Le mélange peut être associé à une réaction chimique, à un transfert de chaleur. Les fluides peuvent être peu ou fortement visqueux, rhéologiquement complexes ou newtoniens. De cette diversification est né un grand nombre de systèmes d'agitation et d'agitateurs.

La méthode la plus courante est ce qu'on peut appeler l'agitation mécanique. Le fluide se

trouve dans une cuve, généralement cylindrique et l'agitation est provoquée par un mobile. Pour les fluides peu visqueux, en régime turbulent la plupart du temps, les mobiles utilisés sont principalement les turbines et les hélices.

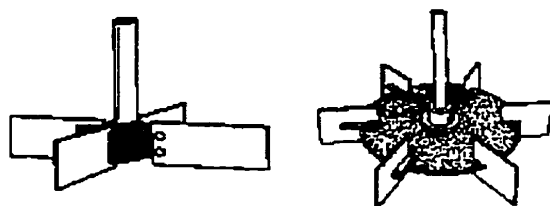


Figure 1.5 : Agitateurs radiaux (turbines)

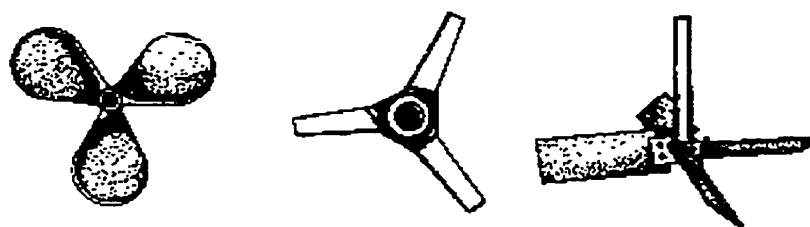


Figure 1.6 : Agitateurs axiaux (hélices) et mixtes (turbine à pales inclinées)

Les turbines sont classées comme agitateurs radiaux : le mouvement communiqué au fluide est à l'origine perpendiculaire à l'axe de l'agitateur. Les hélices sont considérées comme agitateurs axiaux, le mouvement se faisant alors suivant l'axe. Certains mobiles, tels les turbines à pales inclinées, combinent ces deux possibilités en provoquant un flux mixte.

Bien des modifications sont possibles dans la conception de tels mobiles : la dimension et le nombre de pales, leur inclinaison par exemple pour une turbine ; le profil et le pas des pales pour les hélices.

Dans le cas de fluides visqueux, le régime d'écoulement étant alors le plus souvent laminaire, les agitateurs dits de proximité sont les plus courants : on peut citer les rubans hélicoïdaux munis ou non d'une vis centrale, et les ancrs.

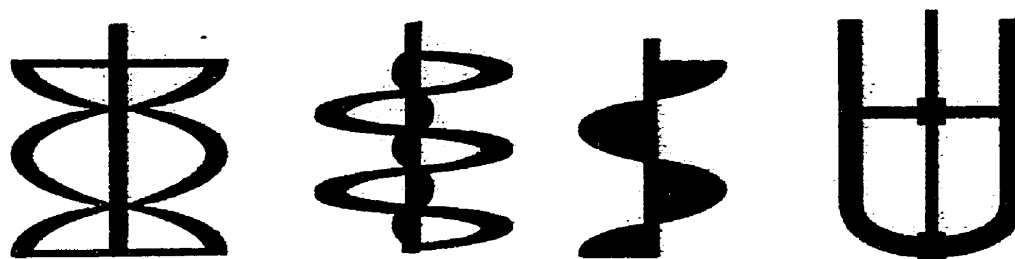


Figure 1.7 : Agitateurs de proximité (ruban, ruban-vis, vis, ancre)

L'agitation peut être également réalisée au moyen d'agitateurs non mobiles, les mélangeurs statiques. Leur principe de fonctionnement est le suivant : le fluide est pompé à travers une conduite contenant une série de lames qui découpe l'écoulement en stries de plus en plus fines et qui modifie l'ordre des stries, et ce, de manière répétitive.

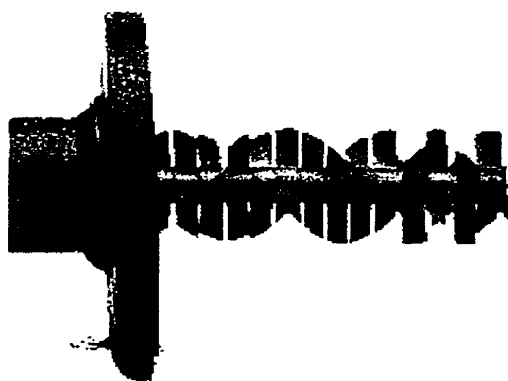


Figure 1.8 : Mélangeur statique

### 1.III.2) Outils d'analyse :

Pourtant utilisée industriellement depuis fort longtemps, et très largement, l'agitation n'est pas un domaine où la compréhension des phénomènes est bonne. Le coût de ce manque de connaissances était estimé en 1989 à environ 10 milliards de dollars pour l'industrie américaine seulement [Smith 1990].

Quels sont les outils dont nous disposons pour étudier et tenter d'améliorer les connaissances ?

### 1.III.2.1) Puissance consommée :

La première variable à laquelle on s'intéresse est le coût, c'est-à-dire la puissance consommée lors de l'agitation.

Cette puissance  $P$  est très souvent exprimée sous forme adimensionnelle par le biais du nombre de puissance  $N_p$ <sup>1</sup> (appelé aussi  $Po$ ) défini par :

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (1.1)$$

La puissance est une caractéristique importante de l'agitation mais elle ne suffit pas à la décrire de façon satisfaisante.

### 1.III.2.2) Temps de mélange et temps de circulation :

Imaginons une cuve agitée contenant un fluide quelconque. Injectons une petite quantité d'un produit qui modifie une propriété physique mesurable, un traceur, sans affecter l'écoulement. Mesurons alors cette propriété.

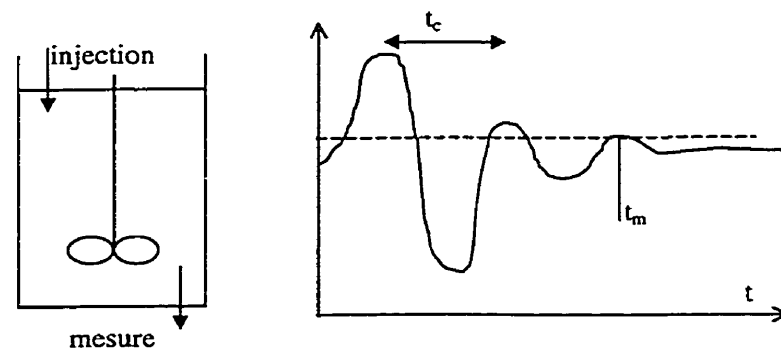


Figure 1.9 : Temps de mélange et temps de circulation

Le temps de mélange  $t_m$  est le temps nécessaire pour atteindre un certain degré d'homogénéité.

---

<sup>1</sup> La nomenclature utilisée suit, dans la mesure du possible, les recommandations de [Middleton 1994], sauf pour ce terme.

Le temps de mélange à 95% (par exemple) est le temps nécessaire pour atteindre une valeur finale constante à 5% près. Le temps de circulation  $t_c$  est la durée écoulée entre deux pics de la courbe de réponse.

Ces deux quantités sont très dépendantes des techniques de mesure. Elles ne permettent donc pas de caractériser le mélange de façon absolue mais seulement de façon relative (pour une description détaillée [Brito 1992] [Houcine 1995]). Elles sont également très sensibles à la ségrégation. Plaçons-nous par exemple dans le cas extrême où seule une petite région de la cuve est agitée, et où la sonde de mesure est placée dans cette même région. Au vu des résultats des temps de mélange seuls, on pourrait conclure que ce temps de mélange est court, et que l'agitation est meilleure qu'avec un autre agitateur dont le temps de mélange serait supérieur, mais avec lequel toute la cuve serait agitée.

#### **1.III.2.3) Profils d'écoulement :**

Pour éviter le genre de conclusion erronée évoquée ci dessus, l'étude des profils d'écoulement est particulièrement intéressante. Le fluide parcourt-il toute la cuve, y a-t-il des zones mortes : grâce à la visualisation, on peut répondre à ces questions.

Différentes techniques, allant de la simple vision du mouvement de petites particules colorées à travers la cuve transparente, jusqu'à la visualisation par vélocimétrie laser en trois dimensions [La Fontaine 1995] ont été développées. On passe alors d'une caractérisation essentiellement qualitative, à des données précises sur la valeur des vitesses dans l'ensemble du réservoir.

#### **1.III.2.4) Efficacité de mélange :**

Quantifier l'efficacité d'un agitateur par un critère objectif est un concept très séduisant.

Surtout applicables au régime laminaire, des critères ont été développés, notamment grâce aux simulations numériques. On trouve des critères fondés sur la puissance et le temps de mélange

[Ulbrecht 1985] tels que :

$$\text{Eff} = 1000 \frac{\eta_e N D^2 H}{P t_m} \quad (1.2)$$

Certains font appel à la théorie du chaos par l'étude des exposants de Lyapunov, un mélange chaotique étant synonyme de mélange efficace [Aref 1984]. D'autres prennent en compte le caractère élongationnel, plus efficace que le caractère cisailant (par exemple [Li 1995]).

#### 1.III.2.5) Simulations numériques :

À côté des études expérimentales, l'outil informatique est aussi très utile. Il permet de s'affranchir des problèmes inhérents à l'expérimentation, mais doit toutefois être utilisé avec précaution. Simuler numériquement le mouvement complexe du fluide dans une cuve d'agitation ne peut en effet être réalisé qu'au moyen d'approximations. Mais conscient de ces difficultés, on peut étudier grâce à des logiciels comme Poly3D™ de la société Rhéotek Inc (le logiciel que l'on utilisera dans cette étude) les points cités précédemment, puissance consommée, profils d'écoulement et efficacité de mélange.

### 1.IV. OBJECTIFS

Le domaine du couchage du papier est un domaine dont les caractéristiques technologiques sont complexes.

Le produit de base, la sauce, est en lui-même bien particulier. L'influence de la présence de certains composants, de leurs interactions sur le procédé sont assez méconnues.

Le procédé de couchage est également, malgré sa simplicité apparente, plus complexe qu'il n'y paraît. Les grandes vitesses mises en jeu sont en particulier une source de difficultés.

Entre ces deux extrémités, l'agitation a un rôle central. Il faut réussir à préparer les sauces à

l'échelle industrielle tout en maîtrisant le processus pour ne pas compromettre les qualités du produit final, le papier couché.

Ces complexités évoquées font que la conception des différents composants du procédé de couchage repose principalement sur des données empiriques et bien des questions restent sans réponse. Dans le cadre de notre étude, évidemment restreinte, on peut en retenir une :

En ce qui concerne le mélange par agitation mécanique, c'est-à-dire la consommation de puissance et les profils d'écoulement principalement, le comportement thixotrope d'un fluide, associé au seuil d'écoulement, a-t-il une influence, et quelle influence ?

Pour apporter des éléments de réponse à cette question, on associera et des moyens informatiques, et des moyens expérimentaux.

## CHAPITRE 2 : BIBLIOGRAPHIE

### 2.I. THIXOTROPIE

"Mesure ce qui est mesurable et rend mesurable ce qui ne peut pas être mesuré" disait Galilée. Il est difficile de mesurer la thixotropie mais comment savoir si un fluide est faiblement ou fortement thixotrope ? Dans cette première partie, nous analyserons les différentes réponses qui ont été apportées à cette question.

#### 2.I.1) Norme ASTM [Standard Test 1991] :

##### 2.I.1.1) **Description :**

La méthode pour déterminer le degré de thixotropie est ainsi définie :

- ♦ mélange de l'échantillon pendant 10 min. et repos pendant 1 h. ;
- ♦ réglage du viscosimètre (type Brookfield) à la plus petite vitesse possible, puis lecture après 10 révolutions, (mesure notée  $\mu_1$ ) ;
- ♦ augmentation de la vitesse par échelon, et lecture après 10 révolutions. Cette procédure continue jusqu'à la vitesse maximale que peut atteindre le viscosimètre ;
- ♦ démarche identique mais en diminuant la vitesse par échelon ;
- ♦ après la dernière mesure (notée  $\mu_2$ ) à la plus basse vitesse, repos de l'échantillon pendant un temps donné, puis nouvelle mesure ( $\mu_3$ ) à cette vitesse.



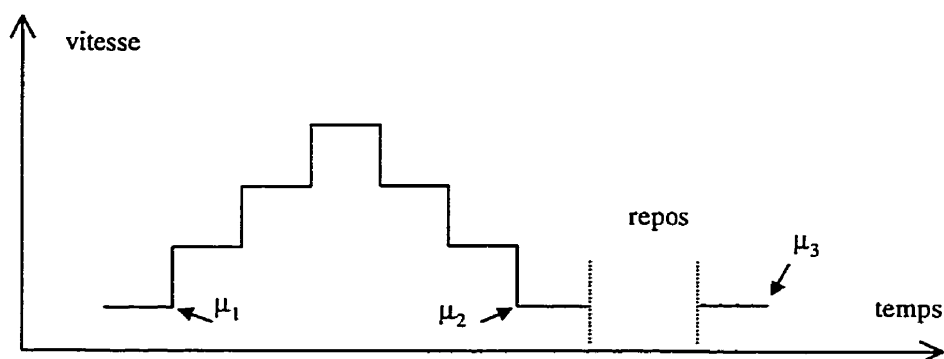


Figure 2.1 : Méthode ASTM

Deux degrés de thixotropie sont proposés : les rapports  $\mu_1/\mu_2$  et  $\mu_3/\mu_2$ . Plus ces rapports sont élevés et plus la thixotropie est importante.

Dans le but d'effectuer des contrôles de qualité dans l'industrie des cosmétiques, une approche semblable est recommandée [Laba 1993], approche que l'on retrouve également à propos des gels de silice [Kutik 1986].

#### 2.I.1.2) Commentaires :

Alors que la caractéristique principale de la thixotropie est le temps, le premier rapport  $\mu_1/\mu_2$  n'aborde pas du tout ce problème. La valeur dépend du nombre d'échelons et donc du temps nécessaire pour atteindre la vitesse maximale.

Quant au deuxième rapport,  $\mu_3/\mu_2$ , la question temporelle est abordée, mais la valeur calculée dépend du temps de repos et de la vitesse du viscosimètre.

Les deux valeurs sont donc peu représentatives du degré de thixotropie.

#### 2.I.2) Cycles d'hystérèse :

##### 2.I.2.1) Description :

Une autre quantification assez souvent utilisée [Blayo 1994], [Tougui 1994], [Breton 1994], [Breton-

Dollet 1996], [Schramm 1994] est la surface du cycle d'hystérèse.

Pour un fluide thixotrope, en augmentant continûment la vitesse de cisaillement, puis en la diminuant, on obtient la figure suivante :

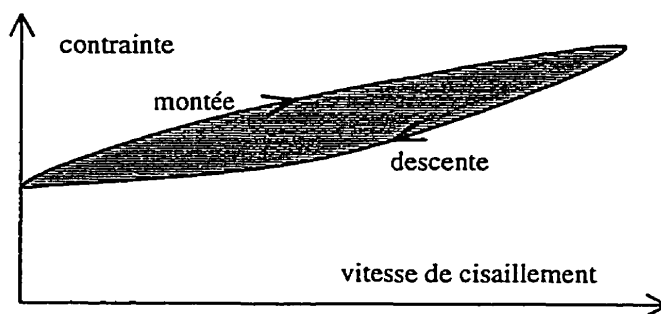


Figure 2.2 : Boucle d'hystérèse

C'est soit la surface hachurée, soit un indice de thixotropie [Chou 1987] défini par l'équation (2.1) qui caractérise la thixotropie.

$$\theta = \frac{\text{surface de la boucle d'hystérèse}}{\text{surface sous la courbe de montée}} \quad (2.1)$$

### 2.I.2.2) Commentaires :

Tout d'abord, les rhéomètres généralement utilisés pour mettre en évidence le comportement thixotrope sont des viscosimètres rotatifs de type Couette. Des effets parasites peuvent être engendrés par l'inertie de l'appareil. On peut ainsi obtenir des boucles d'hystérèse même pour des fluides newtoniens si les temps de mesure sont courts. Dans ce cas, il faut apporter des corrections [Talbi 1994].

D'autre part, il est très délicat de relier la surface hachurée de la Figure 2.2 à des paramètres de modèles [Mewis 1994]. Enfin, observons les quatre rhéogrammes simulés suivants.

Montée et descente en 2 min.

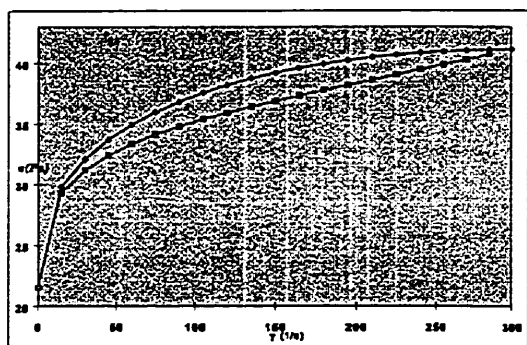


Figure 2.3a ;  $\theta=0,041$

Montée et descente en 4 min.

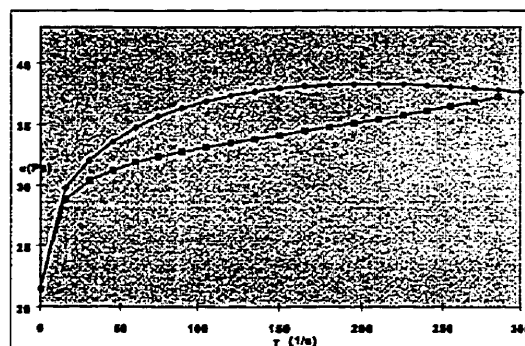


Figure 2.3b ;  $\theta=0,071$

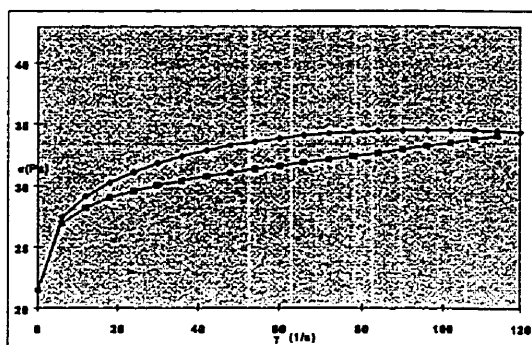


Figure 2.3c ;  $\theta=0,012$

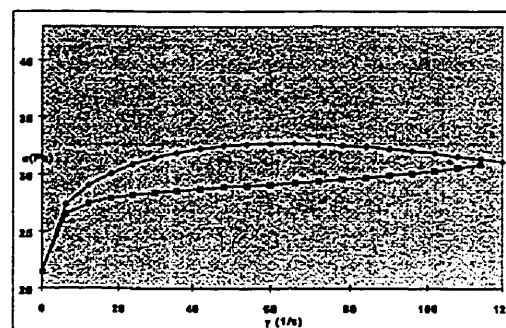


Figure 2.3d ;  $\theta=0,036$

Figure 2.3 : Boucles d'hystérèse simulées

D'après les calculs de l'indice de thixotropie, il semblerait que ce soit le fluide de la Figure 2.3b qui soit le plus thixotrope. Pourtant, ces quatre rhéogrammes ont été simulés à partir d'un modèle et de données expérimentales [Šesták 1982] pour un seul fluide. Les seules modifications sont les temps de montée et descente et l'échelle de vitesse de cisaillement.

Cette méthode n'est donc pas satisfaisante. Elle permet tout au plus de comparer deux fluides mais rigoureusement dans les mêmes conditions de mesure.

### 2.I.3) Méthode de Green et Weltman [Green 1949] :

#### 2.I.3.1) Description :

La viscosité d'un fluide thixotrope étant fonction et du temps et de la vitesse de cisaillement, ces deux auteurs proposent de le caractériser par deux coefficients,  $B_{GW}$  pour le temps et  $M_{GW}$  pour la vitesse de cisaillement.

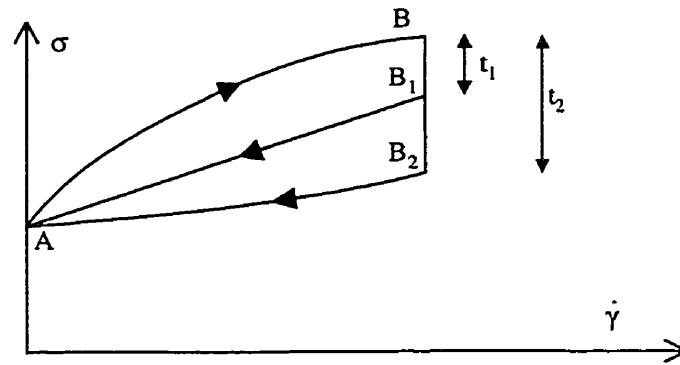


Figure 2.4 : Détermination du coefficient  $B_{GW}$  de thixotropie

$B_{GW}$  est le coefficient de déstructuration thixotrope en fonction du temps.

Soient  $\mu_1$  et  $\mu_2$  les valeurs des viscosités correspondant aux courbes de retour  $B_1A$  et  $B_2A$  (c'est-à-dire les pentes de  $B_1A$  et  $B_2A$  sur la Figure 2.4). Les auteurs posent :

$$B_{GW} = \frac{\mu_1 - \mu_2}{\ln(t_2 / t_1)} = \text{constante} \quad (2.2)$$

La détermination de  $M_{GW}$  nécessite le tracé de deux boucles d'hystérèse pour des vitesses de rotations maximales différentes.

Cette fois  $\mu_1$  et  $\mu_2$  sont les viscosités correspondant aux deux courbes de retour  $A_1A$  et  $A_2A$  (voir Figure 2.5), alors :

$$M_{GW} = \frac{\mu_1 - \mu_2}{\ln(\dot{\gamma}_1 / \dot{\gamma}_2)} \quad (2.3)$$

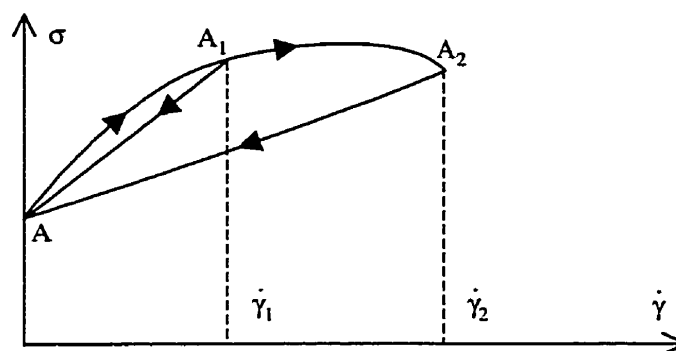


Figure 2.5 : Détermination du coefficient  $M_{GW}$  de thixotropie

### 2.I.3.2) Commentaires :

Cette fois, deux paramètres prennent bien en compte et le temps et la vitesse de cisaillement.

Toutefois, la détermination des viscosités  $\mu_1$  et  $\mu_2$  est simple si le fluide a un comportement proche du comportement newtonien (voir Figure 2.4 et Figure 2.5). Dans le cas contraire, le plus fréquent, il est difficile de choisir une viscosité puisque l'on n'a pas une viscosité unique mais des viscosités apparentes dépendantes de la vitesse de cisaillement.

### 2.I.4) Modèles :

Dans la mesure où aucune des méthodes simples de quantification de la thixotropie n'est pleinement satisfaisante, il est légitime de se tourner vers une approche de type modèle rhéologique.

Il y aurait presque autant de modèles de fluides viscoélastiques que de rhéologues travaillant sur le sujet [Agassant 1991]. Cette assertion est sûrement vérifiée pour les fluides thixotropes. Nous n'essaierons donc pas de faire une revue exhaustive des modèles thixotropes mais seulement d'en distinguer trois classes. Nous nous pencherons tout d'abord sur la modélisation des fluides à seuil. Comme nous l'avons vu, la thixotropie est presque toujours liée à la présence d'une structure

interne au fluide, modifiable avec le temps et l'écoulement, responsable également d'un seuil. Les modèles thixotropes font donc souvent appel aux modèles de fluides à seuil.

#### 2.I.4.1) Modèles de fluides à seuil :

Le modèle le plus simple est dû à Bingham [Bingham 1922] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \eta_o \dot{\gamma} & \text{si } \sigma \geq \sigma_o \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.4)$$

Le fluide se comporte de façon newtonienne si la contrainte est supérieure à la contrainte seuil, sinon comme un solide élastique.

Le modèle d'Herschel-Bulkley [Herschel 1926] n'est plus une extension du modèle newtonien mais du modèle loi de puissance. On a ainsi :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + K \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.5)$$

Un autre modèle assez populaire est celui de Casson [Casson 1959] :

$$\begin{cases} \sqrt{\sigma} = \sqrt{\sigma_o} + \sqrt{\eta_o} \dot{\gamma} & \text{si } \sigma \geq \sigma_o \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.6)$$

On trouve aussi, quoique bien moins utilisés, les modèles de De Kee-Turcotte [De Kee 1980] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \eta_1 \dot{\gamma} e^{-\eta_2 \dot{\gamma}} & \text{si } \sigma \geq \sigma_o \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.7)$$

et de Robertson et Stiff [Robertson 1976] développé pour le ciment :

$$\begin{cases} \sigma = A (C_{RS} + \dot{\gamma})^n & \text{si } \sigma \geq AC_{RS}^n \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.8)$$

Le concept de contrainte seuil a été remis en cause [Barnes 1985]. Avec des mesures rhéologiques à très faible cisaillement assez précises, aucun seuil ne serait détectable. Mais l'existence ou non d'un seuil d'écoulement serait plutôt une question d'échelle [Astarita 1990] et du point de vue de l'ingénieur, le seuil a une réalité : une bille immergée dans du Carbopol, fluide à

seuil, ne bouge pas d'une distance mesurable sur une longue période de trois mois [Hartnett 1989].

Les valeurs de ce seuil d'écoulement sont extrêmement variables selon les produits. Allant de 2 ou 3 Pa pour des solutions à faible concentration en Carbopol [Hirata 1994], elles peuvent atteindre environ 400 Pa pour des enduits [Collins 1992] et même 20 000 Pa pour des suspensions de pâte à papier (concentration massique 30%) [Bennington 1990].

On peut s'étonner de cette dernière valeur car Etchells [Etchells 1987] propose cette classification pour des fluides industriels, modélisés par l'équation de Bingham ( $\eta_o < 0,1 \text{ Pa.s}^{-1}$ ) et de masse volumique proche de  $1000 \text{ kg.m}^{-3}$ .

	$\sigma_o < 100$	facile à verser
100	$< \sigma_o < 200$	épais
300	$< \sigma_o < 400$	difficile à verser
400	$< \sigma_o < 1000$	tient au mur
1000	$< \sigma_o$	matériau de construction

#### 2.I.4.2) Modèles thixotropes avec loi exponentielle :

Les modèles thixotropes les plus simples sont des modèles du premier ordre. On considère que la cinétique de déstructuration obéit à une loi exponentielle :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{1}{\alpha}\sigma = \sigma_{ge} \\ t=0 \quad \sigma = \sigma_{go} \\ t=\infty \quad \sigma = \sigma_{ge} \end{array} \right. \Rightarrow \frac{\sigma - \sigma_{ge}}{\sigma_{go} - \sigma_{ge}} = e^{-\frac{t}{\alpha}} \quad (2.9)$$

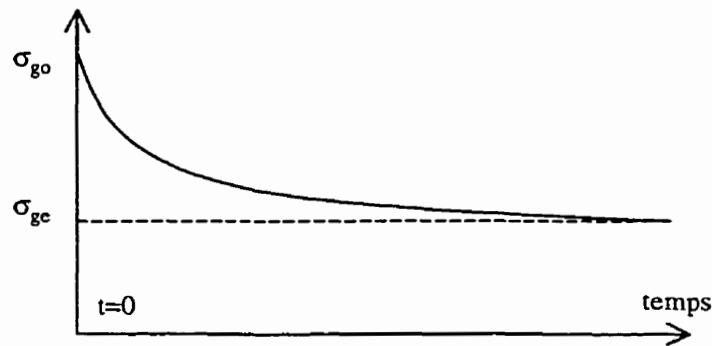


Figure 2.6 : Modèle du premier ordre

Le taux de destruction  $1 / \alpha$  est fonction de la vitesse de cisaillement. Par exemple :

$$\frac{1}{\alpha} = k \dot{\gamma}^n \quad (2.10)$$

Pour ce qui est des contraintes à l'équilibre  $\sigma_{ge}$  et à l'origine  $\sigma_{go}$ , on peut soit les considérer constantes [Heymann 1996], soit encore leur appliquer une loi du type Herschel-Bulkley [Magnin 1994].

Ce même type de modèle est utilisé pour caractériser des peintures [Cohu 1995]. Mais plutôt qu'une loi d'Herschel-Bulkley, les contraintes à l'équilibre sont modélisées par une loi de Casson généralisée :

$$\sigma_{ge}^n = \sigma_o^n + \eta_\infty^n \dot{\gamma}^n \quad (2.11)$$

La peinture, quand elle est fortement cisailée, se comporte comme un fluide newtonien (dans une certaine gamme de vitesse de cisaillement). On a alors :

$$\sigma_{go} = \eta_\infty \dot{\gamma} \quad (2.12)$$

Le modèle thixotropique est dans ce cas :

$$\sigma = (\sigma_o^n + \eta_\infty^n \dot{\gamma}^n)^{\frac{1}{n}} + (\eta_\infty \dot{\gamma} - (\sigma_o^n + \eta_\infty^n \dot{\gamma}^n)^{\frac{1}{n}}) e^{-K \dot{\gamma}^n t} \quad (2.13)$$

D'autres modèles du même genre sont proposés avec deux fonctions exponentielles [Costil 1994] :

$$\sigma = \sigma_\infty + \sigma_1 e^{-\frac{t}{\tau_1}} + \sigma_2 e^{-\frac{t}{\tau_2}} \quad (2.14)$$

ou même comme somme de trois exponentielles :



$$\sigma = P_0 + P_1 e^{-\frac{t}{\tau_1}} + P_2 e^{-\frac{t}{\tau_2}} + P_3 (1 - e^{-\frac{t}{\tau_3}}) \quad (2.15)$$

On trouve aussi des justifications théoriques dans l'élaboration de ces modèles. Pour du ciment par exemple, et en considérant  $n_0$  le nombre de liaisons entre particules à briser pour passer de l'état initial à l'état final, et  $n$  le nombre de liaisons brisées au temps  $t$ , l'hypothèse suivante est proposée [Tattersall 1955] :

$$\sigma - \sigma_{ge} = f(\dot{\gamma}) \cdot (n - n_0) \quad (2.16)$$

En faisant l'hypothèse que le travail nécessaire pour briser ces liaisons est constant, on peut arriver à (2.9). Si on suppose que les liaisons faibles sont d'abord détruites, puis les liaisons plus fortes, on obtient cette fois [Atzeni 1986] :

$$\frac{\sigma - \sigma_{ge}}{\sigma_{go} - \sigma_{ge}} = e^{-\frac{t}{B} - \frac{T_1}{B} \alpha (1 - e^{-\frac{t}{T_1}})} \quad (2.17)$$

Mais dans les résultats expérimentaux justifiant ce type de modèle, on ne précise pas les relations entre les 5 paramètres  $\sigma_{ge}$ ,  $\sigma_{go}$ ,  $B$ ,  $T_1$ ,  $\alpha$  et la vitesse de cisaillement. Avec une loi d'Herschel-Bulkley (2.5), on compte alors 15 paramètres. Il est bien évident qu'avec ce grand nombre de paramètres, n'importe quelle fonction mathématique peut assez fidèlement représenter des données expérimentales.

D'autre part, le principal inconvénient de ce type de modèle est son manque de flexibilité quant aux conditions initiales. A  $t=0$ , le fluide se comporte toujours de la même façon selon le modèle, peu importe son histoire antérieure. La loi (2.13) par exemple suppose qu'à  $t=0$  le fluide est newtonien, ce qui est vrai seulement s'il a été fortement cisailé. Si ce n'est pas le cas, la loi n'est plus applicable.

#### 2.I.4.3) Modèles thixotropes avec paramètre de structure :

Les modèles les plus souvent utilisés sont une modification des lois de Bingham ou d'Herschel-Bulkley normalement destinées aux fluides à seuil [Mewis 1994] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o(\lambda) + \eta(\lambda) \cdot f(\dot{\gamma}) & \text{si } \sigma \geq \sigma_o(\lambda) \quad (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma}^c \lambda^c + k_r \dot{\gamma}^b (1-\lambda)^d \end{cases} \quad (2.18)$$

L'originalité de ces modèles provient de la présence de  $\lambda$ , le paramètre de structure. Il est défini par une équation cinétique traduisant simultanément la déstructuration,  $k_d$  et la restructuration,  $k_r$ . On retrouve ici l'analogie avec une réaction chimique. Les paramètres  $c$  et  $d$  sont équivalents à des ordres de réaction.

Ce paramètre de structure  $\lambda$  vaut 1 lorsque le fluide est au repos depuis une assez longue période, c'est-à-dire lorsqu'il est totalement structuré. Il vaut 0 lorsqu'il est totalement déstructuré, c'est-à-dire lorsque le maximum de liaisons est détruit.  $\lambda$  représente donc la fraction de la structure initiale restant intacte.

Même si certains auteurs [Alessandrini 1982] [Usui 1995] attribuent la paternité de ce paramètre  $\lambda$  à Cheng et Evans [Cheng 1965], il fut d'abord discuté par Goodeve [Goodeve 1939] et l'introduction dans des modèles rhéologiques fut réalisée par Moore [Moore 1959] et Hahn [Hahn 1959].

L'utilisation d'un tel paramètre scalaire repose sur l'hypothèse qu'il n'existe qu'un seul type de structure. En réalité, il peut exister plusieurs types de structure dans le fluide, chacun étant affecté différemment par le cisaillement. Il faudrait alors représenter ces différentes structures par différents paramètres  $\lambda$ , mais expérimentalement il serait bien difficile de distinguer entre ces différents phénomènes [Cheng 1965]. L'approche de ce paramètre de structure unique est par conséquent restrictive, mais des essais ont toutefois été tentés pour relier l'équation cinétique à une base phénoménologique [Usui 1995].

Les modèles thixotropes avec paramètre de structure sont très largement utilisés. Plusieurs auteurs ont utilisé le modèle suivant (à 10 paramètres) pour représenter la rhéologie de fluides alimentaires tels que la mayonnaise, la sauce tomate et le yaourt [Maingonnat 1992].

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda + (K + \Delta K.\lambda) \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda \ (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma}^2 \lambda^c + k_r (1 - \lambda)^d \end{cases} \quad (2.19)$$

On voit donc que le comportement du fluide est modélisé par un modèle type Herschel-Bulkley,  $\sigma = \sigma_o + K \dot{\gamma}^n$ , le seuil  $\sigma_o$  et l'indice de consistance  $K$  étant variables dans le temps.

Le comportement de suspensions de bentonite a été représenté par un modèle analogue (modèle de Cheng, 6 paramètres) [Šesták 1982] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda + K \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda \ (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma} \lambda + k_r (1 - \lambda) \end{cases} \quad (2.20)$$

On trouve aussi le modèle de Tiu-Boger (6 paramètres) [Šesták 1982] :

$$\begin{cases} \sigma = \Delta\sigma.\lambda + (\Delta K.\lambda) \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \Delta\sigma.\lambda \ (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = k (\lambda - \lambda_c) \dot{\gamma}^2 \end{cases} \quad (2.21)$$

Sur ce dernier modèle, on peut remarquer que si l'on intègre l'équation différentielle, on obtient alors :

$$\lambda - \lambda_c = \frac{\lambda_o - \lambda_c}{1 - k (\lambda_o - \lambda_c) \dot{\gamma}^2 t} \quad (2.22)$$

Ceci implique que lorsque :

$$k (\lambda_o - \lambda_c) \dot{\gamma}^2 t = 1 \quad (2.23)$$

la fonction (2.22) n'est pas définie mathématiquement alors qu'il n'y a aucune raison pour qu'elle ne le soit pas d'un point de vue physique.

En outre, à cisaillement nul,  $\dot{\gamma} = 0$ , c'est-à-dire au repos,  $\lambda$  et donc la rhéologie n'évoluent plus (si  $a$  est différent de 0). Pourtant un fluide thixotrope se restructure au repos. Cette remarque s'applique également aux modèles (2.18) lorsque  $b \neq 0$ . C'est pourquoi des modèles comme celui de Cheng (2.20) sont préférables. Si  $\dot{\gamma} = 0$ ,  $\lambda$  évolue quand même.

Nous nous limiterons à cette énumération de modèles de cette forme en terminant par un modèle utilisé pour caractériser des solutions aqueuses de kaolin et d'argile avec un défloculant (mélange de carbonate et silicate de sodium), suspensions très proches des sauces de couchage [Alessandrini 1982].

Le modèle est semblable à (2.19) avec  $a, c, d$  égaux à 1 et au modèle de Cheng (2.20) avec

$$\Delta K = 0 : \quad \begin{cases} \sigma = \sigma_0 + \Delta\sigma \cdot \lambda + (K + \Delta K \cdot \lambda) \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_0 + \Delta\sigma \cdot \lambda \quad (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma} \lambda + k_r (1 - \lambda) \end{cases} \quad (2.24)$$

Nous présentons dans le Tableau 2.1 la valeur typique des différents coefficients lorsque la concentration en défloculant est comprise entre 0,375 et 0,425 % en masse.

*Tableau 2.1 : Paramètres rhéologiques d'un modèle thixotrope d'une solution de kaolin*

$\sigma_0$ Pa	$\Delta\sigma$ Pa	$K$ Pa.s <sup>n</sup>	$\Delta K$ Pa.s <sup>n</sup>	$n$ [ - ]	$k_d$ [ - ]	$k_r$ s <sup>-1</sup>
$\approx 30$	$\approx 60$	$0,03 < < 25$	$0,03 < < 4$	$0,4 < < 1,2$	$2 \cdot 10^{-4} < < 10 \cdot 10^{-4}$	$\approx 0,47$

#### 2.I.4.4) Modèles thixotropes structurels :

Une autre approche que nous ne ferons qu'aborder dans ce paragraphe est celle de la "thixo-élasticité" développée par Quemada [Quemada 1985 et 1994].

Cette fois, plutôt que de considérer la thixotropie comme un phénomène particulier, on considère qu'elle n'est qu'une forme de viscoélasticité fortement non linéaire.

##### ♦ Concept de variable structurelle :

On admet que dans des suspensions concentrées se forment des amas, agrégats ou réseaux (comme dans un gel) qui emprisonnent une quantité plus ou moins importante de liquide : ce sont des unités structurelles, c'est-à-dire des groupes de particules susceptibles d'être individualisés

parmi les autres.

Aux fins de modélisation, on introduit une variable structurelle qui dépend du temps et des mécanismes conduisant à la formation et à la rupture de la structure.

On peut alors relier la viscosité à la variable structurelle par :

$$\eta_r(t) = \eta_{r\infty} [1 - (1 - \chi) S(T)]^2 \quad (2.25)$$

avec 
$$\chi = \pm \sqrt{\frac{\eta_{r\infty}}{\eta_0}} \quad (2.26)$$

et où :  $\eta_r$  est la viscosité relative, c'est-à-dire le rapport de la viscosité de la suspension et de la viscosité du fluide suspendant ;

$\eta_{r\infty}$  est la viscosité stationnaire limite lorsque le cisaillement tend vers l'infini ;

$\eta_0$  est la viscosité stationnaire limite au repos.

♦ Modèles :

Les modèles classiques viscoélastiques d'association de ressorts et d'amortisseurs sont généralisés en introduisant des dépendances entre la structure et les ressorts ou amortisseurs. Ainsi, des modèles non linéaires ont été développés.

On peut par exemple associer en série un amortisseur et un solide de Kelvin-Voigt (ressort et amortisseur en parallèle). Posons l'hypothèse que seule la viscosité (mais pas le module élastique de cisaillement  $G$ ) dépend de la structure par la relation (2.21).

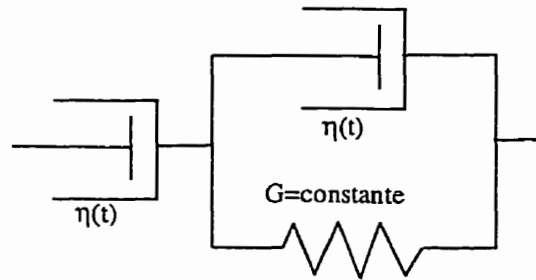


Figure 2.7 : Modèle de Maxwell-Jeffrey

On arrive alors à un modèle de Maxwell-Jeffrey non linéaire caractérisé par :

$$\frac{\dot{\sigma}}{G} + \frac{\sigma}{\eta(t)} = \dot{\gamma} + t_R \ddot{\gamma} \quad (2.27)$$

où  $t_R$  est le temps de retard supposé constant.

On peut aussi ajouter un ressort en série. Le modèle représente alors l'association en série d'un liquide de Maxwell et d'un solide de Kelvin-Voigt. Là encore, la viscosité est supposée liée à la structure mais pas le module élastique.

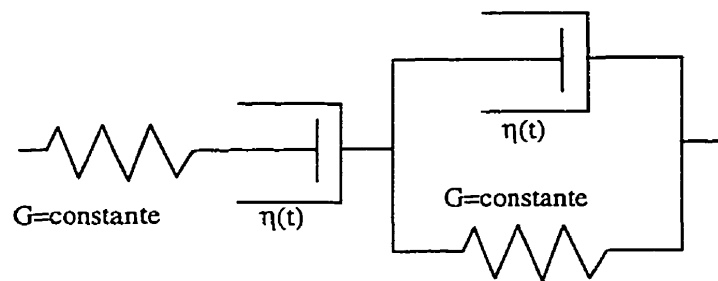


Figure 2.8 : Modèle de Burgers

L'équation caractéristique de ce modèle de Burgers est :

$$t_R \frac{\ddot{\sigma}}{G_i} + \frac{\dot{\sigma}}{G} + \frac{\sigma}{\eta(t)} = \dot{\gamma} + t_R \ddot{\gamma} \quad (2.28)$$

où  $G_i$  est le module élastique instantané.

Ces modèles peuvent être encore plus complexes si on ne suppose plus le module élastique  $G$  ou le temps de retard  $t_R$  constants mais dépendants de la structure et du temps.

Toutefois, on doit noter que certains auteurs (par exemple [Mewis 1994]) ne recommandent pas cette approche générale, car elle mène à des modèles complexes et par conséquent peu pratiques à utiliser. L'équation (2.28) par exemple n'a pas de solution analytique en régime de relaxation.

### 2.1.5) Résumé :

De cette recherche sur la caractérisation de la thixotropie, il ressort que le moyen le plus utilisé

et le plus pratique pour décrire ce comportement est un modèle rhéologique de la forme :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda + (K + \Delta K.\lambda) \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o + \Delta\sigma.\lambda \text{ (}\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon)} \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma}^c \lambda^c + k_r (1 - \lambda)^d \end{cases} \quad (2.19)$$

Le fluide est donc caractérisé comme un fluide d'Herschel-Bulkley, le seuil et l'indice de consistance évoluant avec le temps.

Pour revenir à notre préoccupation première, à savoir la détermination du niveau de thixotropie d'un fluide donné, il peut paraître difficile à première vue d'analyser le caractère thixotrope avec dix paramètres.

Nous proposons donc de considérer :

- ♦ pour la dépendance temporelle,  $k_d$  et  $k_r$ . Plus  $k_d$  est grand, et plus la viscosité diminue rapidement. Inversement, plus  $k_r$  est grand et moins le fluide prendra de temps pour recouvrer sa structure si on le laisse au repos après agitation.

- ♦ pour les variations de viscosité,  $\Delta\sigma$  et  $\Delta K$ . Le seuil d'écoulement peut varier avec le temps d'une valeur maximale de  $\Delta\sigma$  Pa, et l'indice de consistance d'une valeur maximale de  $\Delta K$  Pa.s<sup>n</sup>.

## 2.II. AGITATION

Nous avons vu qu'un fluide thixotrope peut être modélisé comme un fluide à seuil, ce seuil évoluant avec le temps. On va donc se tourner vers les travaux concernant l'agitation de fluides à seuil, puis vers l'agitation de fluides thixotropes. Nous allons auparavant faire le point sur un concept nécessaire au calcul de la puissance pour des fluides non newtoniens, le concept de Metzner et Otto.

### 2.II.1) Calcul de la puissance :

#### 2.II.1.1) Concept de Metzner et Otto :

Comme on l'a vu précédemment, le calcul de puissance utilise le nombre adimensionnel  $N_p$ . Ce nombre est corrélé en fonction du nombre de Reynolds :

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (2.29)$$

En régime laminaire ( $Re \leq 10$ ), on peut montrer par l'analyse dimensionnelle que le nombre de puissance est proportionnel à l'inverse du nombre de Reynolds :

$$N_p = \frac{K_p}{Re} \quad (2.30)$$

où  $K_p$  est une constante dépendant seulement de la géométrie du système d'agitation, c'est-à-dire du mobile et de sa position dans la cuve.

Prédire la consommation de puissance pour un fluide newtonien de viscosité  $\mu$  constante et de masse volumique  $\rho$  est donc simple. Pour un agitateur donné,  $K_p$  est connu, son diamètre  $D$  également. On choisit une vitesse de rotation  $N$ . Ainsi  $N_p$  et donc  $P$  sont calculables.

Malheureusement pour un fluide non newtonien, cette procédure ne fonctionne plus. En effet,



la viscosité n'est pas constante, mais varie avec le cisaillement, a priori inconnu. On ne peut plus calculer le nombre de Reynolds.

Metzner et Otto [Metzner 1957] proposent la méthode suivante, maintenant largement utilisée [Doraiswamy 1994].

Elle consiste à utiliser une viscosité apparente ou viscosité de procédé valable sur l'ensemble de la cuve agitée. Les deux auteurs ont supposé qu'entre la vitesse de cisaillement moyenne dans la cuve et la vitesse d'agitation, existait une relation de proportionnalité :

$$\dot{\gamma}_e = k_s N \quad (2.31)$$

D'après Metzner et Otto,  $k_s$  (appelé aussi  $B$ ) est une constante dépendant seulement de la géométrie du système, même si, comme on le verra, la dépendance vis à vis de la rhéologie du fluide reste peu claire. Cette relation n'est valable qu'en régime laminaire.

Précisons maintenant la procédure pour obtenir la valeur de  $k_s$ .

- ♦ En utilisant une géométrie donnée, la relation entre le nombre de puissance et le nombre de Reynolds est déterminée pour un fluide newtonien (voir Figure 2.9).

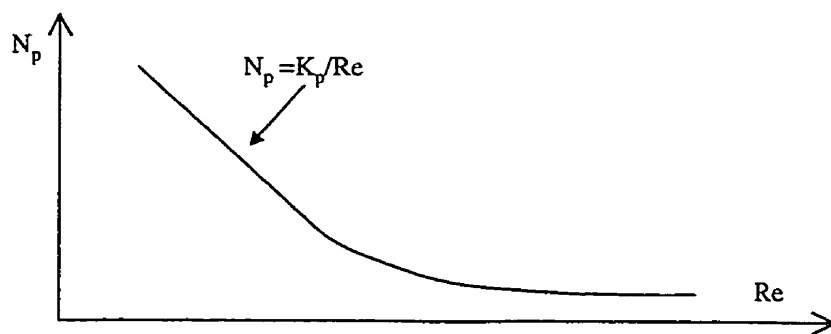


Figure 2.9 :  $N_p$  vs.  $Re$  pour un fluide newtonien, courbe maîtresse

- ♦ La puissance d'agitation avec un fluide non newtonien cette fois, est mesurée dans la même géométrie. A partir de ce nombre de puissance et de la courbe maîtresse, on détermine la valeur d'un nombre de Reynolds généralisé (voir Figure 2.10) :

$$Re_g = \frac{\rho N D^2}{\eta_e} \quad (2.32)$$

Ainsi, la viscosité  $\eta_e$  d'un fluide newtonien qui fournirait la même puissance à la même vitesse est connue.

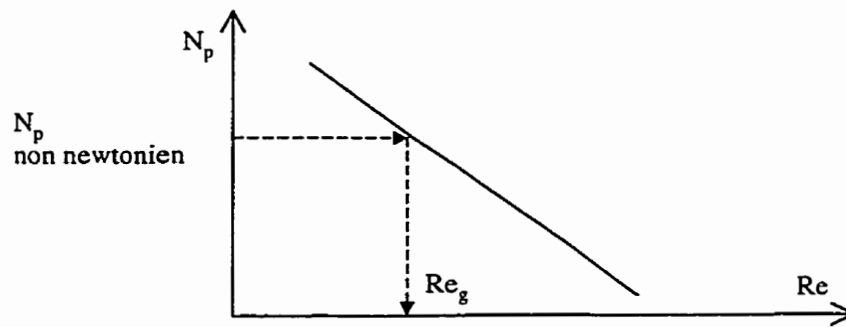


Figure 2.10 : Obtention de la viscosité de procédé

♦ Ici, la rhéologie intervient, puisqu'on utilise la courbe d'écoulement du fluide non newtonien, ou l'équation qui le caractérise.

A partir de  $\eta_e$ ,  $\dot{\gamma}_e$  est alors déterminé (voir Figure 2.11).

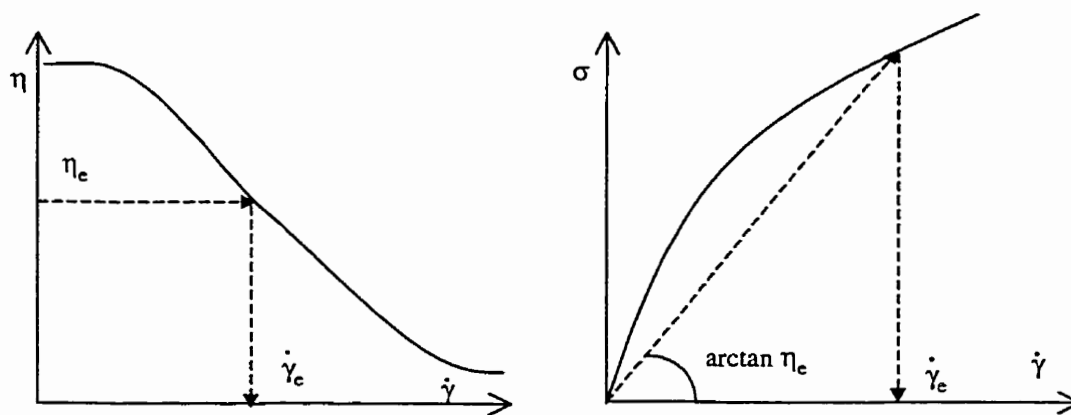


Figure 2.11 : Obtention de la vitesse de cisaillement apparente,  $\dot{\gamma}_e$ .

♦ Dernière étape,  $\dot{\gamma}_e$  et  $N$  étant connus, on obtient  $k_s$  :

$$k_s = \frac{\dot{\gamma}_e}{N} \quad (2.33)$$

La procédure est répétée pour différentes valeurs de la vitesse d'agitation  $N$  afin d'obtenir une valeur moyenne de  $k_s$ .

Lorsque  $k_s$  est déjà connu, la puissance consommée est donc calculable.

Supposons par exemple un agitateur de diamètre  $D$  tournant à une vitesse  $N$  en régime laminaire,  $k_s$  étant connu et le fluide obéissant à la loi de puissance, alors :

$$\dot{\gamma}_e = k_s N \quad (2.31)$$

$$\Rightarrow \eta_e = K \dot{\gamma}_e^{n-1} = K (k_s N)^{n-1} \quad (2.34)$$

$$\Rightarrow Re_g = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K k_s^{n-1}} \quad (2.35)$$

D'autre part, en régime laminaire, on a (2.30), donc :

$$N_p = \frac{K_p}{\left[ \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K k_s^{n-1}} \right]} = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (2.36)$$

$$\Rightarrow P = K k_s^{n-1} K_p N^{n+1} D^3 \quad (2.37)$$

♦ Valeur de la constante  $k_s$  :

Cette constante était supposée par Metzner et Otto indépendante du fluide et seulement fonction de la géométrie du système.

Cependant, beaucoup de travaux ont suggéré que  $k_s$  pouvait dépendre de  $n$ , l'indice de la loi de puissance. Ainsi, par exemple, Calderbank et Moo Young [Calderbank 1961] proposent :

$$k_s = B_{CMY} \left[ \frac{4n}{3n+1} \right]^{\frac{n}{1-n}} \quad (2.38)$$

La constante  $B_{CMY}$  dépendant de l'agitateur (turbine ou ancre) et de sa géométrie. Cette relation montre que  $n$  étant compris entre 0,1 et 1, la variation induite sur  $k_s$  n'est que de 10%

[Tanguy 1996 a] : elle est donc pratiquement négligeable.

Dans le cas des ancrs, Beckner et Smith [Beckner 1966] proposent une relation de la forme :

$$k_s = a_b (1 - n) \quad (2.39)$$

où  $a$  dépend du type d'ancre, de l'entrefer et du diamètre.

Toujours pour une ancre, Šesták, Zitný et Houška [Šesták 1986] proposent une relation de la forme :

$$k_s = 35 n^{\frac{n}{1-n}} \quad (2.40)$$

alors que pour Rieger et Novák [Rieger 1973] (même s'ils considèrent qu'on peut prendre une valeur moyenne  $k_s = 16,2 \pm 0,9$ ) :

$$k_s = n^{\frac{2,21}{n-1}} \quad (2.41)$$

Dans le premier cas, pour  $0,2 < n < 0,9$   $k_s$  varie entre 23,4 et 14,3 et dans le deuxième, pour  $0,5 < n < 0,9$   $k_s$  est compris entre 21,4 et 10,3.

Dans le cas d'un ruban hélicoïdal [Carreau 1993 b], et par analogie avec des cylindres coaxiaux,  $k_s$  est exprimé comme :

$$k_s = \left[ \frac{\pi^2}{K_p} \left( \frac{T}{D} \right)^2 \left( \frac{H}{D} \right) \right]^{\frac{1}{n-1}} k_s' n^{\frac{n}{n-1}} \quad (2.42)$$

où  $k_s'$  est une constante déterminée expérimentalement.

D'autres relations existent [Peters 1969], [Schilo 1969], mais des études tendent également à montrer que  $k_s$  est peu dépendant des propriétés du fluide [Pollard 1969] [Rieger 1973], s'il n'est toutefois pas élastique et pas trop rhéofluidifiant.

Numériquement, les recherches effectuées avec une ancre montrent que  $k_s$  varie peu avec  $n$  au moins dans une certaine gamme d'indice de loi de puissance [Tanguy 1996 a]. Les valeurs obtenues, en accord avec celles de Nagata, sont :

- pour un fluide rhéofluidifiant ( $0,3 < n < 0,95$ ):  $k_s = 25 \pm 2$ ,
- pour un fluide rhéoépaississant ( $1,05 < n < 1,7$ ):  $k_s = 30 \pm 2$ .

### 2.II.1.2) Approche de Rieger et Novák :

Il existe une autre approche qu'il est bon de mentionner pour éviter les malentendus. Elle a été proposée par Rieger et Novák [Rieger 1973].

Ils définissent le nombre de Reynolds (appelé ici nombre de Reynolds loi de puissance) par :

$$Re_p = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (2.43)$$

avec  $K$  et  $n$ , les paramètres de la loi de puissance. Il est différent du nombre de Reynolds généralisé (2.32).

La relation (2.30) devient alors :

$$N_p Re_p = K_p(n) \quad (2.44)$$

$$\left( \frac{P}{\rho N^3 D^5} \right) \left( \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \right) = \frac{P}{K N^{n+1} D^3} = K_p(n) \quad (2.45)$$

Alors que  $K_p$  est par définition indépendant du fluide selon Metzner et Otto, il devient ici fonction de  $n$ . La différence tient dans la définition du nombre de Reynolds. Comme on l'a vu, avec un fluide obéissant à la loi de puissance le Reynolds généralisé (2.32) est différent du Reynolds loi de puissance (2.43).

Rieger et Novák considèrent tout de même la relation initiale (2.31) de Metzner et Otto, ainsi :

$$N_p = \frac{K_p(n)}{Re_p} = \frac{K_p k_s^{n-1}}{Re_p} \quad (2.46)$$

$$\Rightarrow k_s = \left[ \frac{K_p(n)}{K_p} \right]^{\frac{1}{n-1}} \quad (2.47)$$

Cette méthode n'est valable que pour des fluides obéissant à la loi de puissance. Mais dans un domaine restreint de vitesse de cisaillement, on peut presque toujours utiliser cette approximation.

### 2.II.1.3) Application à la rhéométrie :

La rhéométrie classique utilise des appareils à géométrie simple (plan/plan, cône/plan, cylindres coaxiaux, cylindre) pour déterminer les caractéristiques rhéologiques des fluides  $\sigma = f(\dot{\gamma})$  de façon absolue.

Certains fluides, en particulier les suspensions, ne peuvent pas être analysés dans de tels équipements. La sédimentation et les effets de paroi (glissement) peuvent fausser les mesures. Dans un rhéomètre de type Couette par exemple, la distance entre les deux cylindres doit être petite pour que l'approximation d'un  $\dot{\gamma}$  constant soit vérifiée. Si petite qu'elle est parfois inférieure à la taille des agrégats ou des particules de suspensions.

Le concept de Metzner et Otto permet de dépasser ces difficultés en utilisant de petits agitateurs comme rhéomètres. Connaissant  $K_p$  et  $k_s$ , des mesures de couple en fonction de la vitesse d'agitation suffisent pour accéder à la contrainte et à la vitesse de cisaillement de procédé  $\dot{\gamma}_c$ .

$$\dot{\gamma}_c = k_s N \quad (2.31)$$

$$\text{et} \quad \begin{cases} P = 2\pi MN = K_p \eta N^2 D^3 \\ \sigma = \eta \dot{\gamma} \end{cases} \quad (2.48)$$

$$\Rightarrow \sigma = \frac{2\pi k_s M}{K_p D^3} \quad (2.49)$$

Cette technique perd le côté absolu de la rhéométrie classique, et n'est plus que relative. Il est en effet difficile d'extrapoler les valeurs obtenues à des procédés très différents de celui utilisé pour la mesure. Dans le cas de l'agitation, le problème ne se pose pas, puisqu'on ne change pas de procédé. D'autre part, Metzner et Otto supposant un écoulement de cisaillement, la viscosité obtenue est très semblable à la viscosité vraie [Brito 1996]. L'analyse d'un fluide viscoélastique serait par contre bien plus délicate.

♦ Roels et al. [Roels 1974] suivant les travaux de Bongenaar [Bongenaar 1973] utilisent une turbine

( $K_p = 64$ ) pour déterminer la viscosité de solutions de pénicilline. Pour un fluide loi de puissance, on a la relation (2.37). En la transformant pour faire apparaître le couple  $M$ , on obtient :

$$M = K \frac{K_p D^3}{2\pi k_s} k_s^n N^n \quad (2.50)$$

La courbe représentant  $\ln M$  en fonction de  $\ln N$  est théoriquement une droite de pente  $n$ . Mais les résultats expérimentaux ne sont pas en accord avec cette relation. Les auteurs supposent alors que le fluide se comporte comme un fluide de Bingham. Le couple est alors donné par :

$$M = \frac{K_p D^3}{2\pi k_s} \sigma_o + \frac{K_p D^3}{2\pi} \eta_o N = M_o + \text{constante} \cdot N \quad (2.51)$$

Cette fois, en traçant  $M$  en fonction de la vitesse  $N$ , on devrait obtenir une droite, ce qui n'est pas le cas avec les suspensions de pénicilline.

Le dernier modèle essayé est celui de Casson. Le couple est relié à la vitesse par :

$$M = \frac{K_p D^3}{2\pi k_s} \sqrt{\sigma_o} + \frac{K_p D^3}{2\pi \sqrt{k_s}} \sqrt{\eta_o} \sqrt{N} = M_o + \text{constante} \cdot \sqrt{N} \quad (2.52)$$

Le graphique représentant  $M$  en fonction de  $\sqrt{N}$  est dans ce cas une droite, l'ordonnée à l'origine donnant le seuil, et la pente, la constante  $\eta_o$ .

Cette étude montre donc que, grâce à l'approximation de Metzner et Otto, on peut distinguer entre plusieurs comportements rhéologiques. Mais elle ne contient aucune comparaison avec des données issues de la rhéométrie classique.

- Une autre étude menée par Kemblowski et Kristiansen [Kemblowski 1986] suit cette approche. Les agitateurs utilisés sont des turbines de diamètre légèrement inférieur à celui du réservoir et de hauteur égale à la hauteur du réservoir, ou à la moitié du réservoir ( $K_p = 1090$  et  $754$ , et  $k_s = 39,7$  et  $37,0$ ).

Les résultats sont identiques entre les deux agitateurs. Ils montrent que les suspensions utilisées ont un comportement loi de puissance ( $0,35 < n < 0,56$ ).

♦ Dans un article postérieur [Kemblowski 1988], l'agitateur utilisé est une vis hélicoïdale dans un tube de tirage. Là encore, un comportement loi de puissance est prédit pour les fluides utilisés. Quelques comparaisons graphiques sont faites avec des résultats obtenus en géométrie Couette, mais les paramètres des modèles ne sont pas comparés.

## 2.II.2) Agitation de fluides à seuil :

Les études relatives à l'agitation de fluides à seuil sont assez nombreuses, particulièrement en ce qui a trait aux "cavernes". Mais, paradoxalement, elles portent principalement sur les turbines, c'est-à-dire des agitateurs peu performants pour le mélange de tels fluides.

Dans un premier temps, les travaux évoquant la consommation de puissance seront analysés, puis ceux évoquant les profils d'écoulement.

### 2.II.2.1) Consommation de puissance :

Les premiers travaux concernant les fluides à seuil, mais restreints aux fluides de Bingham sont ceux de Nagata [Nagata 1970], [Nagata 1971], [Nagata 1972], [Nagata 1975]. Ils sont généralement cités dans les ouvrages généraux traitant d'agitation [Coulson 1990], [Tattersson 1991], [Hamby 1992], [Tattersson 1994].

♦ En régime laminaire, et pour un fluide newtonien<sup>2</sup> :

$$N_p = \frac{K_p}{Re} \quad (2.30)$$

On peut supposer que la relation de Metzner et Otto, établie à l'origine pour des fluides loi de puissance, est également valable pour des fluides à seuil (ce qui a déjà été fait dans II.1.3) :

$$\dot{\gamma}_c = k_s N \quad (2.31)$$

---

<sup>2</sup> Pour simplifier, nous n'avons pas repris la nomenclature utilisée par Nagata, mais utilisé les symboles employés dans les paragraphes précédents.



et d'autre part :  $\sigma = \sigma_o + \eta_o \dot{\gamma}$  (2.4)

$$\Rightarrow \eta_c = \frac{\sigma_o}{\dot{\gamma}_c} + \eta_o \quad (2.53)$$

Nagata exprime le nombre de puissance pour un fluide de Bingham, non pas avec  $K_p$  mais avec une autre constante appelée  $\beta$  :

$$N_p = \frac{\beta}{Re_g} = \beta \frac{\eta_c}{\rho N D^2} \quad (2.54)$$

$$\Rightarrow N_p = \beta \left( \frac{\eta_o}{\rho N D^2} \right) + \beta \left( \frac{N}{\dot{\gamma}_c} \right) \left( \frac{\sigma_o}{\rho N^2 D^2} \right) \quad (2.55)$$

$$\Rightarrow N_p = \frac{\beta}{Re''} + \alpha \frac{He}{Re''^2} \quad (2.56)$$

où  $\alpha = \beta \frac{N}{\dot{\gamma}_c}$  et  $Re'' = \frac{\rho N D^2}{\eta_o}$  (2.57) et (2.58)

et  $He$ , le nombre d'Hedström est défini comme :

$$He = \frac{\sigma_o \rho D^2}{\eta_o^2} \quad (2.59)$$

Il faut noter [Bertrand 1996] que si l'on suit l'approche de Metzner et Otto et qu'on suppose que  $\beta = K_p$ ,  $\alpha$  n'est rien d'autre que le rapport  $K_p / k_s$ .  $\beta$  et  $\alpha$  devraient donc être constants.

Les résultats expérimentaux de Nagata montrent que  $\alpha$  est constant pour différents fluides, mais que  $\beta$  varie avec le nombre d'Hedström selon la forme :

$$\beta = K_p + \delta He^{\frac{1}{3}} \quad (2.60)$$

Les valeurs pour différents agitateurs sont ( $0 < He < 6.10^7$ ) :

Tableau 2.2 : Valeurs de  $K_p$  et  $\delta$  pour différents agitateurs

Type d'agitateur	$K_p$	$\delta$
ruban	320	15
ancres	200	30
turbine Rushton	70	10
turbine Rushton avec contrepales	70	10

On peut avoir quelques difficultés à suivre l'approche de Nagata. D'une part, il suppose que  $\beta \approx K_p$  (rappelons que l'égalité devrait être vérifiée selon l'approche de Metzner et Otto). Il en déduit que  $\alpha \approx K_p / k_s$ , et que  $\alpha$  doit être constant, en accord avec les résultats expérimentaux. Mais d'un autre côté, il montre que  $\beta$  évolue selon la relation (2.60) et n'est donc pas égal à  $K_p$ .

- Assez récemment, Bertrand et al. [Bertrand 1996] ont proposé d'utiliser l'approche de Rieger et Novák pour la consommation de fluides à seuil, là encore en se limitant aux fluides de Bingham.

En supposant le régime laminaire (2.30), en acceptant l'approximation de Metzner et Otto (2.31), et en caractérisant le fluide comme un fluide de Bingham (2.4), on arrive à :

$$N_p = \frac{K_p \sigma_o}{\rho N D^2 k_s N} + \frac{K_p \eta_o}{\rho N D^2} \quad (2.61)$$

On introduit alors deux nombres adimensionnels,  $Re''$ , défini comme Nagata et  $Bi$ , le nombre de Bingham :

$$Bi = \frac{\sigma_o}{\eta_o N} = \frac{He}{Re''} \quad (2.62)$$

d'où :

$$N_p = \frac{K_p}{Re''} \left[ 1 + \frac{Bi}{k_s} \right] = N_{po} \left[ 1 + \frac{Bi}{k_s} \right] \quad (2.63)$$

$N_{po}$  étant le nombre de puissance pour le cas limite  $\sigma_o = 0$ .  $k_s$  peut alors être calculé à partir

de deux mesures de puissance :

$$k_s = \frac{Bi}{\frac{N_p}{N_{po}} - 1} \quad (2.64)$$

Remarquons que cette formule, si elle est utile pour le calcul de  $k_s$  à partir de résultats numériques où il est facile de changer les paramètres rhéologiques, est plus difficile à exploiter expérimentalement. Il est en effet peu aisé de trouver deux fluides, l'un étant newtonien de viscosité  $\eta_o$ , et l'autre binghamien avec cette même viscosité  $\eta_o$ .

En utilisant la procédure de Rieger et Novák, un autre nombre de Reynolds, appelé ici  $Re_b$ , est employé :

$$Re_b = \frac{\rho N D^2}{\eta_o + \frac{\sigma_o}{N}} \quad (2.65)$$

On obtient alors :

$$N_p = \frac{1}{Re_b} \left[ \frac{K_p}{k_s} \left( 1 + \frac{k_s - 1}{Bi + 1} \right) \right] = \frac{K_p(Bi)}{Re_b} \quad (2.66)$$

où  $K_p(Bi)$  est la constante de puissance pour un fluide de Bingham comme  $K_p(n)$  (équation 2.45) pour un fluide loi de puissance.

Les résultats obtenus pour une ancre grâce à des simulations numériques [Bertrand 1995] montrent qu'en portant  $\ln N_p$  en fonction de  $\ln Re_b$ , à  $Bi$  constant, on obtient bien des droites de pente -1 comme le laisse supposer l'équation (2.66) et d'ordonnée à l'origine différente selon  $Bi$ .

Cette dernière formulation, même si elle est bien évidemment correcte, est toutefois un peu dangereuse et peut mener à des erreurs. En effet, la pente est -1 si et seulement si le nombre de Bingham est constant. Cette condition est rarement respectée d'un point de vue expérimental. Pour ce faire, en supposant que l'expérimentateur dispose d'un fluide de Bingham ( $\rho$ ,  $\sigma_o$  et  $\eta_o$  constants d'une expérience à une autre) la seule façon de changer  $Re_b$  en gardant  $Bi$  constant

(c'est-à-dire  $N$ ) est de changer le diamètre de l'agitateur  $D$ , manipulation délicate à réaliser.

L'erreur serait donc de croire que, en mesurant l'évolution de la puissance en fonction de la vitesse (expérience classique), et en reportant  $\ln N_p$  vs.  $\ln Re_b$ , on obtienne une droite de pente -1. En changeant  $N$ , on change  $Bi$ , et la courbe obtenue n'est pas une droite. Il nous semble donc préférable de s'en tenir à la première partie de (2.66) en n'oubliant pas que  $Bi$  est une fonction de la vitesse de rotation.

Dans le même article et contrairement aux résultats expérimentaux de Nagata, la constante  $k_s$ , calculée à partir de (2.64) n'évolue presque pas en fonction du nombre de Bingham.

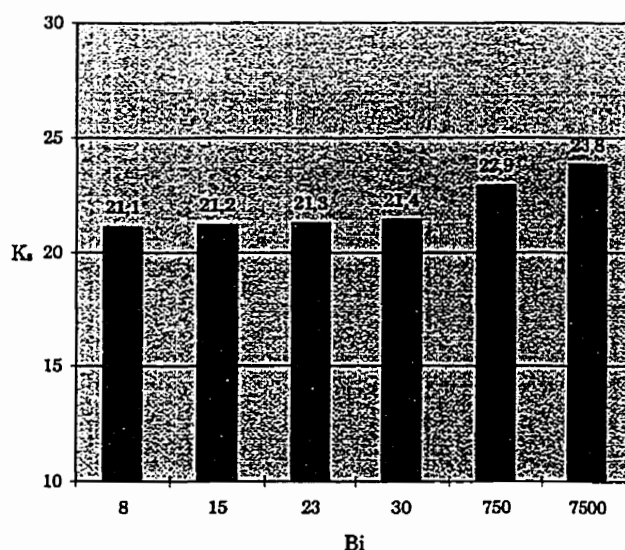


Figure 2.12 : Évolution de  $k_s$  en fonction du nombre de Bingham

La relation (2.66) est donc utilisable directement pour prédire la consommation de puissance,  $k_s$  étant pratiquement constant.

♦ On peut s'interroger sur la validité de l'équation (2.60) contraire aux résultats de Bertrand.

Pour atteindre de fortes valeurs de  $He$ , il faut, ou bien augmenter  $\sigma_0$ ,  $\rho$  ou  $D$ , ou bien diminuer  $\eta_0$ . Il semblerait que le diamètre des agitateurs n'ait pas été modifié, seul le fluide l'ayant été. Les

fluides employés par Nagata sont des suspensions de kaolin,  $\text{MgCO}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  dans de l'eau, du glycérol ou de l'huile de moteur.

Pour augmenter  $\sigma_0$ , le seuil, il faut augmenter la concentration en solide (on augmente aussi la masse volumique  $\rho$ ). Il est étonnant de pouvoir caractériser des solutions concentrées par un simple modèle de Bingham. Très souvent, un caractère rhéofluidifiant ou rhéoépaississant est noté dans de telles suspensions, surtout à des concentrations élevées,

D'autre part, si l'on change la phase continue pour passer de l'huile à moteur à l'eau, on diminue  $\eta_0$ , et on augmente  $He$ . Mais parallèlement, on augmente aussi le nombre de Reynolds, et il devient difficile d'obtenir des résultats en régime laminaire pur, hypothèse nécessaire à la validité du concept de Metzner et Otto. D'ailleurs, les résultats concernant le ruban hélicoïdal [Nagata 1975] sont obtenus à des nombres de Reynolds toujours supérieurs à 10. Nagata n'utilise pas la formule (2.56) mais ajoute un terme correspondant à la résistance inertielle pour en prendre en compte l'entrée dans le régime intermédiaire.

La formule (2.60) pourrait donc tout aussi bien représenter l'effet du changement de régime d'écoulement que du nombre d'Hedström.

♦ Une dernière étude [Tanguy 1996 b] concerne un agitateur bien différent de ceux vus jusqu'à présent. Il s'agit d'un mélangeur planétaire à deux pales, l'une étant évidée. Les deux pales de géométrie complexe sont montées sur un carrousel. Ce carrousel tourne, et chaque pale a aussi son mouvement propre, l'une dans un sens, l'autre dans le sens de rotation opposé (voir Figure 2.13). La vitesse considérée pour les nombres de Reynolds et de puissance est celle du carrousel, et le diamètre, celui de la cuve.

En adoptant la même démarche que précédemment les auteurs montrent, grâce à des résultats numériques, que  $k_s$  est à peu près constant, égal à 45 pour  $0 < Bi < 40$  et que la formule (2.66) est applicable pour estimer la consommation de puissance.

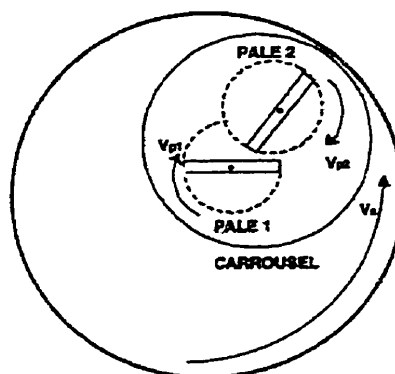


Figure 2.13 : Représentation schématique d'un mélangeur planétaire [Bertrand 1995]

### 2.II.2.2) Profils d'écoulement :

♦ Wichterle et Wein [Wichterle 1975], [Wichterle 1981] étudient l'agitation de fluides extrêmement rhéofluidifiants ( $n < 0,05$ ) correspondant très certainement à des fluides à seuil. Ces fluides sont des suspensions de bentonite ou chaux. Les auteurs notent la présence de "cavernes", c'est-à-dire de régions où le fluide est agité alors que partout ailleurs le fluide est stagnant.

Ils proposent un modèle pour le diamètre  $D_{cav}$  de la caverne à partir de leurs résultats expérimentaux (obtenus dans des cuves de section carrée) :

$$\left( \frac{D_{cav}}{e_{ww} D} \right)^2 = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (2.67)$$

où  $e_{ww}$  est un paramètre expérimental fonction de l'agitateur (turbine Rushton ou turbine à pales inclinées).

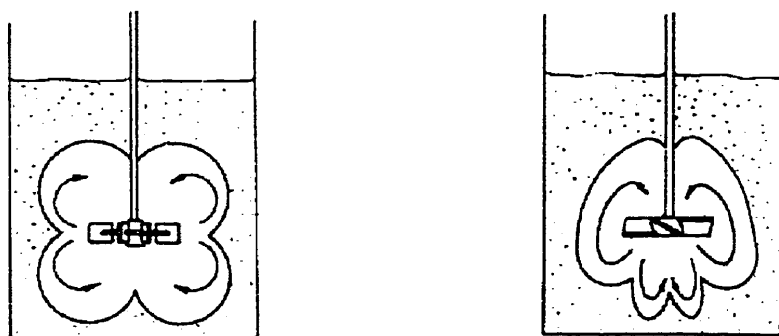


Figure 2.14 : Cavernes pour un agitateur radial et un agitateur axial

♦ Solomon, Elson et Nienow [Solomon 1981] proposent un autre modèle en supposant que la caverne est sphérique. La base de leur théorie est qu'à la surface de la caverne, la contrainte de cisaillement est égale à la contrainte seuil. Ils arrivent ainsi à :

$$\left(\frac{D_{cav}}{D}\right)^3 = \left(\frac{4 N_p}{\pi^3}\right) \left(\frac{\rho N^2 D^2}{\sigma_o}\right) \quad (2.68)$$

$$\text{dans les limites : } D \leq D_{cav} \leq T \quad (2.69)$$

$$\frac{N_p \rho N^2 D^2}{\sigma_o} \leq \frac{4}{\pi^3} \leq \frac{N_p \rho N^2 D^2}{\sigma_o} \left(\frac{D}{T}\right)^3 \quad (2.70)$$

Cette formulation est comparée à des résultats expérimentaux obtenus par observation directe pour des fluides transparents, et par anémométrie à film chaud pour des fluides opaques. Les agitateurs sont une turbine Rushton et une turbine à pales inclinées, et les fluides, des solutions de Xanthane et de Carbopol ( $7 < \sigma_o < 20$  ;  $0,13 < n < 0,29$  ;  $10 < K < 50$ ).

♦ Elson, Cheesman et Nienow [Elson 1986] [Elson 1988] [Elson 1990] reprennent cette théorie en ne supposant plus une forme sphérique, mais une sphère aplatie de hauteur  $H_{cav}$  et de diamètre  $D_{cav}$ . En parallèle à des observations réalisées par une technique de rayons X, le modèle devient :

$$\left(\frac{D_{cav}}{D}\right)^3 = \frac{N_p}{\left(\frac{H_{cav}}{D_{cav}} + \frac{1}{3}\right)\pi^2} \frac{\rho N^2 D^2}{\sigma_o} \quad (2.71)$$

Ces résultats sont obtenus avec une turbine Rushton, une turbine à pales inclinées, une turbine à deux pales et une hélice marine. Les fluides utilisés sont là encore des solutions de Xanthane et de Carbopol.

$H_{cav}/D_{cav}$  varie entre 0,4 pour une turbine Rushton et 0,75 pour une hélice. En régime laminaire,  $D_{cav}$  est constant et égal à  $D$ . En régime turbulent,  $N_p$  est constant, et  $D_{cav}$  peut donc être calculé. Une fois le diamètre de la caverne égal au diamètre de la cuve, la hauteur de la caverne évolue selon :

$$H_{cav} \propto N^{p_E} \quad (2.72)$$

$p_E$  variant entre 0,88 pour une turbine Rushton et 0,76 pour une hélice. La présence de contrepales réduit la vitesse d'expansion verticale de la caverne.

♦ Etchells, Ford et Short [Etchells 1987] ont repris cette corrélation en étudiant la taille de cavernes avec des fluides industriels, à savoir des suspensions de  $TiO_2$  ( $2 < \sigma_o < 38$ ) dans des cuves pilotes ( $T = 0,3$  m). Les résultats sont tout à fait en accord avec l'approche précédente.

Ils abordent aussi le problème de l'extrapolation. Comme Elson [Elson 1988], ils montrent que pour garder une hauteur de caverne égale à la hauteur de la cuve, il faut extrapoler en gardant  $ND$  constant, c'est-à-dire en gardant la vitesse de bout de pale constante

♦ Un autre groupe de publications est le résultat de travaux d'Hirata [Hirata 1991] [Hirata 1994] [Hirata 1996]. Une technique d'anémométrie laser Doppler (LDA) est utilisée pour analyser quantitativement les profils d'écoulement, toujours pour une turbine Rushton ( $D=T/2$ ) avec ou sans contrepales.

La corrélation d'Elson est vérifiée. Pour  $Re > 30$ ,  $D_c$  augmente suivant  $N^{2/3}$ . Notons que le nombre de Reynolds utilisé ici est  $\frac{\rho N^{2-n} D^2}{k_s^{n-1} K}$  (équation 2.35) avec  $k_s = 11,6$ . Pour  $Re < 30$ , le diamètre de la caverne est égal au diamètre de l'agitateur, et le mouvement est essentiellement tangentiel.

Le critère utilisé pour déterminer la limite de la caverne à partir des données expérimentales est  $v_\theta = \text{vitesse de la pale} / 100$ .

Lorsque la caverne a atteint les bords de la cuve, une corrélation est proposée pour prédire sa croissance avec la vitesse d'agitation, avec ou sans contrepales. Dans l'espoir d'avoir une cuve agitée dans son ensemble, il est préférable de ne pas avoir de contrepale, conclusion semblable



à celle d'Elson [Elson 1990].

♦ Une étude plus poussée sur le mouvement du fluide aux limites de la caverne est due à Jaworski, Pacek, Nienow [Jaworski 1994]. Les visualisations sont faites à partir d'un stéréomicroscope à très faible profondeur de champ. Les auteurs montrent qu'à l'extérieur de la caverne, le fluide bouge quand même. La "caverne", concept utile macroscopiquement, est donc plutôt une zone où aucun échange ne se fait avec l'extérieur. Mais elle n'est pas une zone où le fluide est en mouvement alors que l'extérieur ne le serait pas.

♦ Enfin, nous terminerons cette revue sur les cavernes en citant un article de Moore, Gossor et Baker [Moore 1995]. Un autre modèle y est développé, supposant que le mouvement à l'intérieur de la caverne est laminaire, proche d'un mouvement tangentiel engendré par un cylindre tournant. L'équation (implicite) proposée est :

$$N = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{\sigma_o}{K} \right)^n \left[ \ln \left( \frac{D_{cav}}{D} \right) - 0,75 + \left( \frac{D_{cav}}{D} \right)^2 - \frac{1}{4} \left( \frac{D_{cav}}{D} \right)^4 \right] \quad (2.73)$$

Mais les résultats expérimentaux montrent que le modèle d'Elson (équation 2.71) donnent de meilleures prédictions de la taille des cavernes.

♦ Nous passons maintenant brièvement à l'influence du seuil sur l'écoulement pour des agitateurs raclants, ancre et mélangeur planétaire.

Dans le cas de l'ancre [Bertrand 1996], le mouvement est essentiellement tangentiel, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de mélange et le pompage axial est très faible. C'est près de l'arbre qu'il est le plus important. La présence d'un seuil diminue encore ce pompage axial.

Suivant [Nagata 1970], le nombre de Reynolds  $Re''$  est comparé à la racine carrée du nombre d'Hedström. Si  $Re'' \geq \sqrt{He}$ , il n'y a pas de zone solide, c'est-à-dire de région où la contrainte

exercée est inférieure à la contrainte seuil, et où  $\dot{\gamma}_c = 0$ , le fluide se comportant comme un solide élastique. Même si ce critère semble vérifié, il n'indique en aucune manière qu'il y a mélange efficace.

Dans le cas du mélangeur planétaire [Tanguy 1996 b], quoique moins prononcé, l'effet négatif du seuil sur le pompage axial est également présent.

Ces résultats sont obtenus à partir de simulations numériques.

### 2.II.3) Agitation de fluides thixotropes :

La littérature concernant l'agitation de fluides thixotropes est très mince. Les ouvrages généraux d'agitation n'abordent pas du tout le sujet [Ulbrecht 1985] [Nagata 1975] [Skelland 1983] ou bien [Hamby 1992], [Tatterson 1991] l'évoquent succinctement en citant quelques-uns des articles que nous analyserons ci-après.

L'idée générale est que la thixotropie a peu d'effets : on peut donc la plupart du temps l'ignorer. Cependant, si un phénomène du procédé (une réaction chimique rapide par exemple) a lieu dans un temps du même ordre de grandeur que la période transitoire due à la thixotropie, alors il faut en tenir compte [Tatterson 1994].

Nous observerons tout d'abord quelles conséquences ce comportement thixotrope peut avoir, puis nous nous intéresserons à la méthode utilisée pour prédire la consommation de puissance d'agitation de fluides thixotropes.

#### 2.II.3.1) Exemple d'effet de la thixotropie :

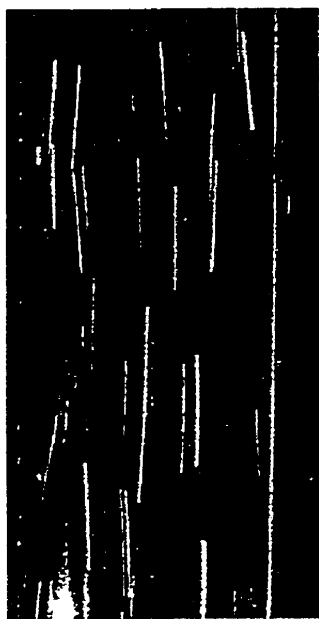
Récemment, Magnin, Touré et Piau [Magnin 1994] ont étudié l'écoulement en capillaire d'un fluide modèle thixotrope.

Le fluide est un gel composé de poudre de CMC humidifiée avec de l'éthylène glycol et d'eau

déminéralisée. Ce gel a l'avantage d'être transparent, mais en plus d'être thixotrope, il a un comportement binghamien.

Pour distinguer l'effet de la thixotropie de celui du seuil d'écoulement, les auteurs ont comparé l'écoulement de ce fluide avec un autre fluide modèle, gel aqueux obtenu à partir de Carbopol. Ce deuxième fluide est non thixotrope mais possède le même seuil d'écoulement.

En examinant les trajectoires de traceurs, on observe qu'elles sont rectilignes pour le fluide à seuil sans thixotropie (voir Figure 2.15b), alors qu'elles sont changeantes pour le gel thixotrope (voir Figure 2.15a). Ces différences sont expliquées par une inhomogénéité dans l'histoire de cisaillement.



*a) fluide thixotrope*



*b) fluide non thixotrope*

*Figure 2.15 : Écoulement en capillaire*

Il apparaît donc clairement que la thixotropie en elle-même a un effet sur l'écoulement, au moins dans le cas d'un écoulement en capillaire. Il faut noter toutefois que les solutions de CMC sont connues pour avoir un comportement viscoélastique, ce que les auteurs n'évoquent pas.

### 2.II.3.2) Agitation :

Pour un fluide thixotrope, la viscosité dépend du temps. La méthode de Metzner et Otto ne peut donc pas s'appliquer.

Près de l'agitateur, le fluide subit de fortes vitesses de cisaillement pendant de courtes périodes ; plus loin, il subit de plus faibles vitesses pendant de plus longues périodes. Il en résulte une histoire de cisaillement assez complexe. Comment alors calculer la puissance ?

♦ Godfrey, Yuen et Edwards [Godfrey 1974] ont utilisé la méthode de Metzner et Otto en considérant les valeurs d'équilibre pour déterminer  $k_s$ .

A partir de la puissance à l'équilibre,  $P_{eq}$  et en utilisant la valeur de  $K_p$ , le nombre de Reynolds et donc  $\eta_e$  sont déterminés. Connaissant la courbe d'écoulement  $\sigma$  vs.  $\dot{\gamma}$  à l'équilibre également,  $\dot{\gamma}_e$  et donc  $k_s$  sont calculés.

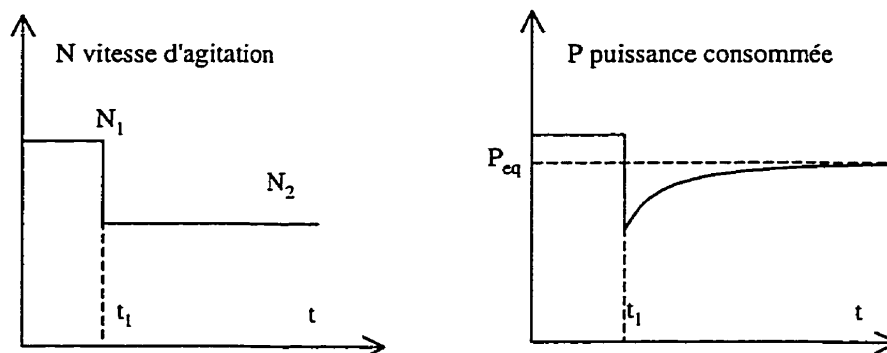


Figure 2.16 : Échelon vers une vitesse inférieure

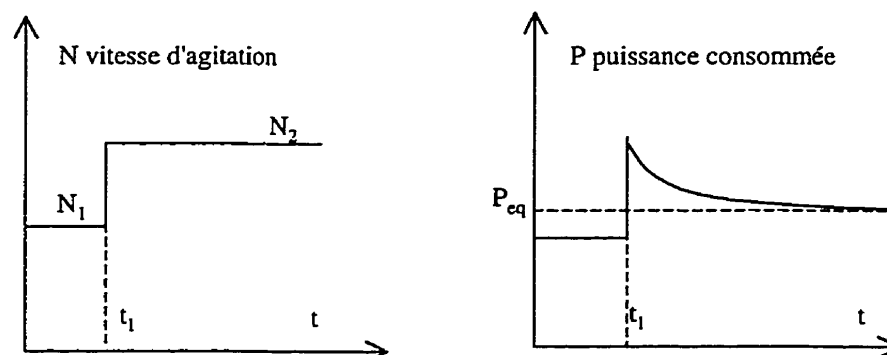


Figure 2.17 : Échelon vers une vitesse supérieure

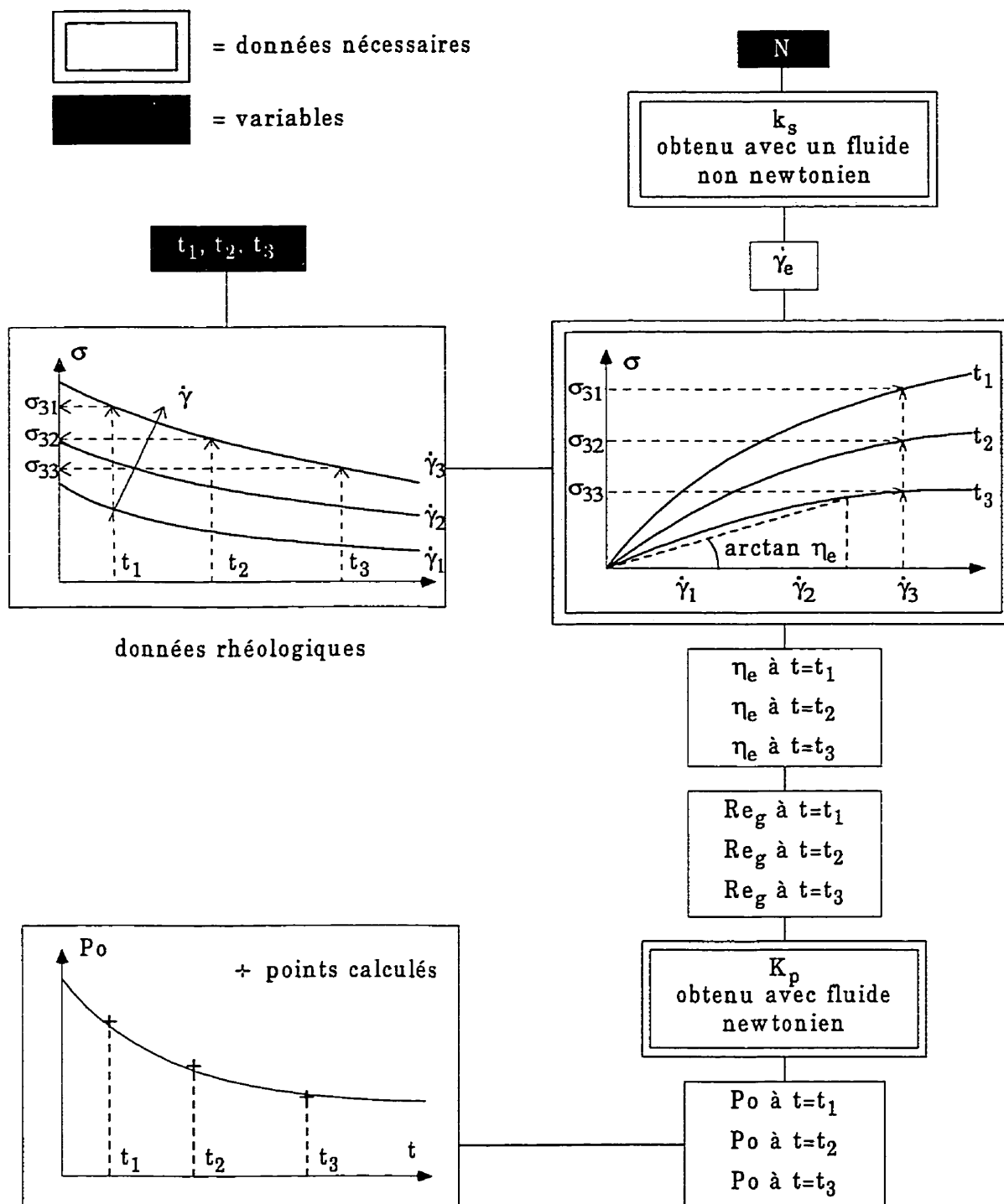


Figure 2.18 : Méthode de calcul de la puissance pour un fluide thixotrope

Leurs expériences furent reproduites pour trois vitesses différentes, l'agitateur consistant en une ancre de 4 cm de diamètre, et le fluide en une sauce pour salade.

La valeur de  $k_s$  ainsi obtenue ( $k_s = 24,9 \pm 5,5\%$ ) est alors proche de celle obtenue avec un fluide non newtonien mais indépendant du temps ( $k_s = 23,8 \pm 7,3\%$ ). Ils proposent donc de s'en tenir à cette valeur et calculent la puissance de la façon suivante (voir Figure 2.18).

Pour une vitesse  $N$  donnée,  $k_s$  étant connu,  $\dot{\gamma}_e$  est calculé. Après des expériences de viscosimétrie, on obtient des courbes  $\sigma$  vs.  $t$  pour différentes vitesses de cisaillement. Ces courbes sont transformées en  $\sigma$  vs.  $\dot{\gamma}$  pour différents temps. On détermine alors  $\eta_e$  pour ces temps, et la connaissance de  $K_p$  permet finalement de prédire la puissance consommée en fonction du temps.

En résumé, il faut donc connaître :

- $k_s$ , obtenu avec un fluide non newtonien indépendant du temps ;
- les courbes d'écoulement du fluide thixotrope ;
- $K_p$ , obtenu avec un fluide newtonien.

Ainsi définie, la méthode semble satisfaisante puisque les calculs sont différents des mesures de  $\pm 6\%$  en moyenne avec un maximum de 15% de différence.

Mais les essais n'ont été effectués qu'avec un seul fluide. De plus, les données rhéologiques provenaient du même appareil que les mesures de puissance d'agitation. Il n'y avait donc absolument aucun changement d'échelle entre, d'un côté, la rhéologie et de l'autre, l'agitation.

♦ La même perspective a été reprise par Edwards, Godfrey et Kashani [Edwards 1976].

Ils ont élargi leurs conditions opératoires en choisissant d'autres agitateurs, plus grands (ancres de diamètre 11,2 cm, ruban hélicoïdal de diamètre 11,8 cm, vis de diamètre 7,6 cm et 8,5 cm), et

différents fluides thixotropes (ketchup, sauce à salade, yaourt, solutions de laponite, et peinture).

Pour de la sauce à salade, du ketchup ou du yaourt, la puissance à vitesse constante décroît à cause de la thixotropie de 2 à 10% avec le temps, en environ 10 minutes. La comparaison entre les prédictions et les valeurs mesurées est assez bonne puisque la différence est d'environ  $\pm 10\%$ .

Pour des fluides plus thixotropes, les solutions de laponite, la chute de puissance peut atteindre 35%. Les résultats sont ici nettement moins corrects (mais acceptables étant donné la précision des mesures) puisque les valeurs prédites sont supérieures de 10 à 20% aux valeurs mesurées. Avec les vis, ces prédictions sont même 40% supérieures.

Les auteurs escamotent ce problème en notant que la différence est due à l'inefficacité des vis. Étant inefficace, ce système ne peut être utilisé industriellement. Il leur semble donc peu important de prédire avec précision la consommation de puissance d'un tel système.

Enfin, pour le fluide le plus thixotrope, la peinture, la chute de puissance peut atteindre 50%. Les résultats expérimentaux sont assez proches des valeurs calculées : environ 5% de différence entre prédictions et mesures.

Cette méthode d'estimation de la puissance semble donc concilier une relative simplicité et une précision suffisante. On peut penser que l'imprécision des résultats obtenus avec les solutions de laponite est due à des problèmes de seuil d'écoulement. Comme on l'a vu, la thixotropie est souvent reliée au seuil d'écoulement. Les auteurs n'ont pas du tout évoqué ce fait dans leur article. On pourrait ainsi tenter d'expliquer cette différence entre prédictions et mesures. En effet, pour la peinture, fluide plus thixotrope, les calculs sont meilleurs : ce n'est donc pas un problème spécifique à la thixotropie. D'autre part, ils indiquent qu'il n'y avait pas de mouvement de fluide dans certaines régions de la cuve, ce qui est en accord avec cette hypothèse.

♦ Šesták, Zitný et Houška [Šesták 1982] ont adopté la même approche. Ils ont simplement remplacé l'étape de la détermination de  $\eta_e$  grâce aux courbes d'écoulement, par l'utilisation d'un modèle rhéologique. Après avoir essayé plusieurs modèles, ils ont choisi un modèle de Cheng (2.20) avec paramètre de structure  $\lambda$ , comme étant le plus représentatif des données viscosimétriques. Le fluide testé était une solution aqueuse de bentonite.

Par la méthode décrite précédemment, ils calculent la consommation de puissance en fonction du temps après un échelon de vitesse d'agitation (voir Figure 2.19). Sur cette figure, les cercles pleins représentent une diminution de la vitesse de cisaillement de  $786 \text{ s}^{-1}$  à  $87,7 \text{ s}^{-1}$ , alors que les cercles vides représentent une augmentation de  $29,3 \text{ s}^{-1}$  à  $87,7 \text{ s}^{-1}$  (comme sur les Figure 2.16 et Figure 2.17). L'erreur moyenne est de 7% même s'il semblerait que la prédiction soit nettement moins bonne pour les cercles vides.

L'utilisation du modèle rhéologique permet donc d'accéder à la puissance quelque soit le temps, sans recourir plusieurs fois aux courbes d'écoulement, étape assez fastidieuse.

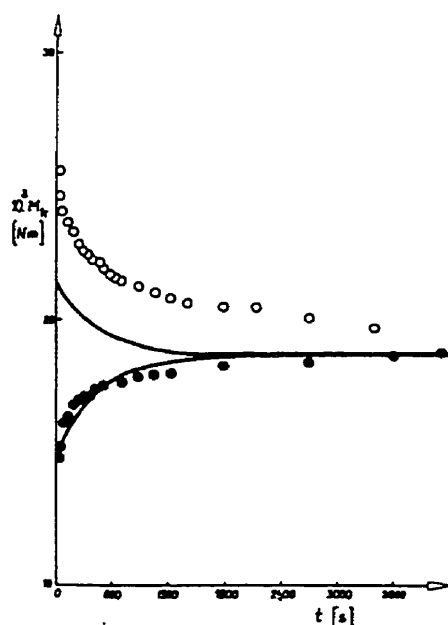


Figure 2.19 : Comparaison calculs/mesures du couple



◆ Enfin, nous nous intéressons à une étude postérieure des mêmes auteurs [Šesták 1986].

Considérant que  $k_s$  n'est pas constant, mais fonction du fluide donc de  $n$ , l'exposant de la loi de puissance, ils adoptent la démarche de Rieger et Novák. Des fluides thixotropes sont utilisés et la puissance est estimée. Mais seules les valeurs à l'équilibre des caractéristiques rhéologiques de ces fluides sont considérées (voir Figure 2.20). Ainsi, la puissance est indépendante du temps.

En effet, pour des fluides avec un temps de réponse assez court, l'approximation n'apporte qu'une erreur négligeable devant les autres erreurs. Il n'est donc pas utile de prédire la puissance comme une fonction du temps.

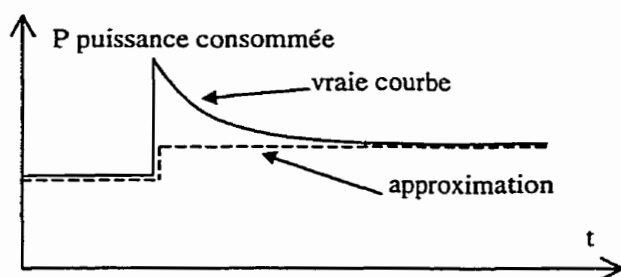


Figure 2.20 : Approximation avec valeurs d'équilibre

## 2.III. CONCLUSION et OBJECTIFS SPÉCIFIQUES

Cette revue de la littérature a permis de faire le point sur l'état des connaissances dans le domaine de l'agitation des fluides à seuil et des fluides thixotropes. Plusieurs points restent en suspens.

Le premier porte sur la consommation de puissance pour des fluides à seuil ou thixotropes. Peut-on étendre l'approche utilisée par Bertrand et al. pour des fluides de Bingham à des fluides thixotropes ?

Ensuite, la problématique des profils d'écoulement a été peu étudiée pour des agitateurs autres que des turbines. En ce qui concerne les fluides à seuil (c'est-à-dire thixotropes à un temps donné), les principales études traitent des cavernes pour les turbines. Des travaux peuvent donc

être menés avec des agitateurs plus efficaces, rubans hélicoïdaux, par exemple. Et, numériquement, est-on capable de caractériser les cavernes, ou les zones solides, connues pour les turbines dans le but d'étendre cette notion aux agitateurs raclants ?

En outre, au delà des effets purement temporels, l'étude de Magnin et al. [Magnin 1994] montre que la thixotropie peut avoir des conséquences sur l'écoulement dans le cas d'un écoulement capillaire. Est-ce encore vrai à une plus grande échelle ?

Aucune des études citées n'a étudié l'agitation des fluides thixotropes dans l'optique des profils d'écoulement, mais elles se sont tournées uniquement vers la consommation de puissance.

Enfin, les ouvrages généraux traitant d'agitation recommandent de négliger les effets de la thixotropie, c'est-à-dire l'évolution temporelle de la puissance, comme le fait le dernier article analysé. Pourtant, certaines études telles celles de Godfrey, Edwards ou Šesták démontrent l'importance de la thixotropie sur la puissance.

Quelle attitude adopter ? Il semble donc intéressant de développer une méthode pour savoir si, oui ou non, en fonction du fluide et du système d'agitation, il faut tenir compte de la thixotropie et de ses effets temporels, au moins en ce qui concerne l'agitation.

Nous nous proposons donc :

- ♦ d'étudier l'influence des paramètres rhéologiques ( $\sigma_0$ ,  $K$ ,  $n$ ) et de la vitesse  $N$  sur  $k_s$  pour des agitateurs de type ancre, ruban hélicoïdal et turbine, en associant l'approche numérique et les résultats expérimentaux;
- ♦ de développer une équation du type (2.66) prédisant la consommation de puissance pour un fluide à seuil ;
- ♦ seulement numériquement, de voir si la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}_c$  peut être employée pour

calculer le paramètre de structure  $\lambda$ , permettant de se ramener à un fluide d'Herschel-Bulkley de paramètres  $(\sigma_0 + \Delta\sigma.\lambda)$  et  $(K + \Delta k.\lambda)$  connus.

- ◆ de caractériser les cavernes et zones solides numériquement ;
- ◆ d'étudier l'influence des paramètres rhéologiques sur les profils d'écoulement d'agitateurs raclants, ancre et ruban hélicoïdal ;
- ◆ de voir si l'approche d'un nombre de Deborah thixotrope, permettant de caractériser l'importance relative de la thixotropie par rapport au procédé, peut être utile.

## CHAPITRE 3 : MODÉLISATION et DÉVELOPPEMENTS

Ce chapitre est consacré d'une part à la modélisation des écoulements et leur simulation par le logiciel Poly3D™, et d'autre part aux développements que nous avons construits pour répondre à certaines questions de la conclusion précédente, à propos de la consommation de puissance et du nombre de Déborah thixotrope.

Après avoir établi les équations décrivant le mouvement d'un fluide, nous donnerons un aperçu de la méthode des éléments finis. Puis, un paragraphe sera consacré aux modifications qui ont dû être apportées au logiciel pour traiter le cas particulier des fluides thixotropes. Mais dans le domaine de l'agitation, une simulation seule n'a que peu d'intérêt : il est en fait indispensable de traiter les résultats et de déterminer les grandeurs caractéristiques de l'agitation. Les différents outils d'analyse seront donc présentés.

Enfin, une extension des travaux de Bertrand et al. aux fluides d'Herschel-Bulkley et thixotropes est proposée, ainsi qu'une méthode utilisant un nombre de Déborah thixotrope et permettant de mesurer l'importance relative de la thixotropie.



♦ un modèle de type loi exponentielle :

$$\frac{\sigma - \sigma_{ge}}{\sigma_{go} - \sigma_{ge}} = e^{-\frac{t}{\alpha}} \quad (3.5)$$

avec :  $\frac{1}{\alpha} = K \dot{\gamma}^n$  (3.6)

$$\sigma_{ge} = \sigma_e + K_e \dot{\gamma}^{n_e} \quad (3.7)$$

$$\sigma_{go} = \sigma_o + K_o \dot{\gamma}^{n_o} \quad (3.8)$$

Ce modèle comporte huit paramètres.

♦ un modèle avec paramètre de structure :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \Delta\sigma\lambda + (K + \Delta K \cdot \lambda) \dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o + \Delta\sigma\lambda (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d \dot{\gamma}^a \lambda + k_r \dot{\gamma}^b (1 - \lambda) \end{cases} \quad (3.9)$$

Dix paramètres sont nécessaires, puisqu'il faut connaître  $\lambda_o$  la valeur de  $\lambda$  à  $t = 0$ .

Par rapport à la formulation générale des modèles avec paramètre de structure (équation 2.18), la première équation du système 3.9 définissant  $\sigma$  est la plus générale. Elle permet de représenter en effet les modèles 2.19, 2.20, 2.21 ou 2.24.

Dans l'équation différentielle en  $\lambda$ , les paramètres  $c$  et  $d$  ont été fixés à 1. Cette limitation est imposée par la nécessité d'intégrer cette équation pour connaître  $\lambda$  de façon explicite. Il n'existe pas d'impossibilité absolue à traiter le cas contraire mais la plupart du temps les modèles que nous avons trouvés dans la littérature font cette hypothèse. On peut donc représenter (avec  $a = 1$  et  $b = 0$ ) le modèle de Cheng (2.20), utilisé dans des travaux portant sur l'agitation [Šesták 1982] ou le modèle 2.24. Ce dernier caractérise une solution aqueuse de kaolin et d'argile, c'est-à-dire une suspension proche des sauces de couchage [Alessandrini 1982], le contexte de ce travail.

Les contraintes  $\underline{\sigma}$  sont reliées aux vitesses de cisaillement par :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \eta(|\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|) \dot{\underline{\underline{\gamma}}} \quad (3.10)$$

en définissant le tenseur des vitesses de cisaillement comme :

$$\dot{\underline{\underline{\gamma}}} = \frac{1}{2} (\underline{\underline{\nabla}} \underline{\underline{v}} + \underline{\underline{\nabla}} \underline{\underline{v}}^T) \quad (3.11)$$

On suppose que l'équation d'état rhéologique est applicable pour toutes les composantes du tenseur des contraintes. Cette hypothèse est importante car seule la composante  $\sigma_{12}$  est évaluée dans les modèles précédents.

On a alors pour le premier modèle : (3.12)

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \dot{\underline{\underline{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_c}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + K_c (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} + \left[ \frac{\sigma_o - \sigma_c}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + K_o (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} - K_c (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} \right] e^{-K (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^n} \right]$$

et pour le deuxième :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \dot{\underline{\underline{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_o}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + \frac{\Delta \sigma \lambda}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + (K + \Delta K \lambda) (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} \right] \quad (3.13)$$

avec : (3.14)

$$\lambda = \frac{k_r (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p + \left\{ \left[ k_d (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p + k_r (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p \right] \lambda_o - k_r (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p \right\} e^{\left[ k_d (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^n + k_r (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^n \right] t}}{k_d (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p + k_r (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^p}$$

### 3.1.2) Conditions limites :

Les équations ne sont pas suffisantes. Pour clore mathématiquement le problème, il faut imposer des conditions limites.

Dans le cas d'un agitateur classique (ancrage, turbine ou ruban) où l'axe de rotation est le même que l'axe du réservoir, on peut se placer dans un repère lagrangien. Le système de référence est alors l'agitateur. On peut donc traiter le problème comme un problème stationnaire si l'on suppose (et c'est une hypothèse) que l'écoulement est purement périodique, autrement dit qu'il

n'y a pas de fluctuations temporelles.

On impose une vitesse nulle sur l'agitateur, et sur la cuve (paroi cylindrique et fond) une vitesse  $-N$  correspondant à l'opposé de la vitesse réelle du mobile d'agitation (voir Figure 3.1). Le repère devient non-galiléen, et on doit tenir compte des forces centrifuges et de Coriolis [Tritton 1988].

En ce qui concerne la surface du fluide, on impose une vitesse axiale nulle : la surface est supposée plane et horizontale. Par conséquent, il est impossible de simuler un vortex. L'imposition d'une pression constante permettant la simulation d'un vortex impliquerait un processus numérique différent et bien plus lourd. En effet, la surface ne serait pas connue a priori et l'on devrait donc considérer un problème de surface libre.

Le critère utilisé pour connaître l'existence d'un vortex est celui du nombre de Froude, rapport des forces d'inertie et de gravité ( $Fr = ND^2/g$ ). Pour  $Fr$  petit, ce qui est généralement le cas en régime laminaire, le vortex est absent.

Il faut noter que rien ne découle de résultats expérimentaux comme c'est souvent le cas des simulations en régime turbulent. L'agitateur y est représenté par une "boîte" où les vitesses sont le résultat de mesures par vélocimétrie par exemple.

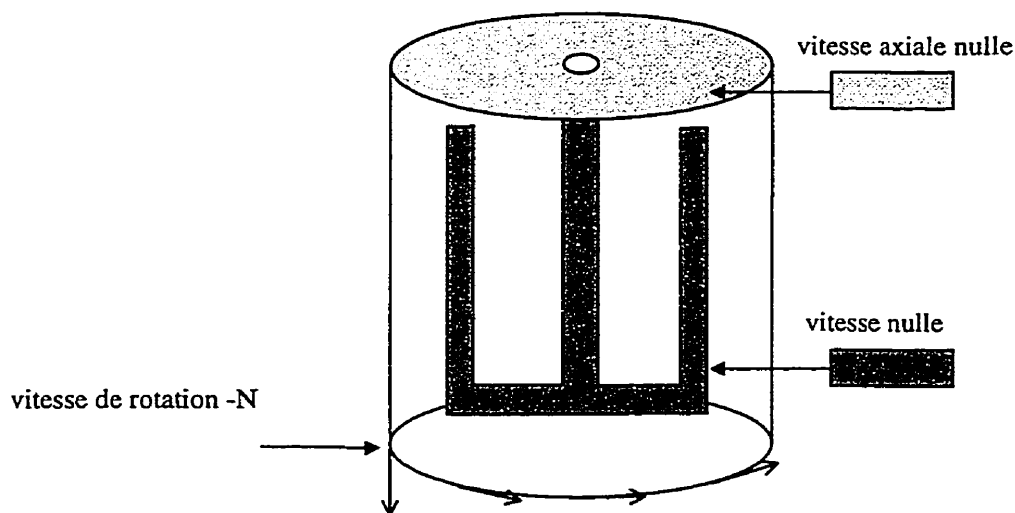


Figure 3.1 : Conditions limites



### 3.II. RÉSOLUTION DES ÉQUATIONS PAR LA MÉTHODE DES ÉLÉMENTS FINIS

La méthode des éléments finis consiste à transformer des équations différentielles en systèmes d'équations algébriques. Cette transformation se fait en utilisant les principes du calcul variationnel. Le système d'équations posé, on le résout par des algorithmes de l'algèbre linéaire matricielle.

Nous présentons ici cette méthode sans toutefois la formuler avec la rigueur mathématique nécessaire (en particulier ce qui concerne les espaces).

#### 3.II.1) Formulation variationnelle du problème :

Soit une équation différentielle, associée à des conditions limites :

$$F(u) - f = 0 \text{ + conditions limites} \quad (3.15)$$

On veut connaître  $u$ . On choisit une fonction test  $\phi$ , dans un espace approprié. Après avoir multiplié cette fonction  $\phi$  à l'équation différentielle, on intègre sur un domaine d'étude  $\Omega$ .

$$\int_{\Omega} \phi ( F(u) - f ) d\Omega = 0 \quad (3.16)$$

C'est la formulation faible du problème.

#### 3.II.2) Discrétisation du problème :

La méthode des éléments finis de Galerkin consiste à discrétiser la formulation faible. On passe alors à :

$$\sum_1^{n_d} \int_{\Omega_d} \phi (F(u) - f) d\Omega_d = 0 \quad (3.17)$$

$n_d$  étant le nombre d'éléments  $\Omega_d$  (ou mailles) choisi pour représenter l'ensemble  $\Omega$  (Figure 3.2).

Plus ce nombre est grand, et plus l'approximation faite en passant du problème continu au

problème discret est petite, mais plus les ressources informatiques nécessaires (mémoire, vitesse) sont élevées.

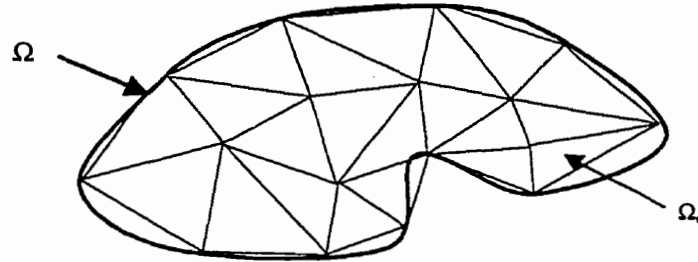


Figure 3.2 : Discretisation du domaine  $\Omega$

Dans nos simulations, les maillages (réalisés à l'aide du logiciel I-DEAS<sup>MC</sup> de la société SDRC) comportent en général entre 10 000 et 15 000 éléments.

La fonction recherchée  $u$  est approchée par un polynôme d'interpolation de Lagrange.

$$u = \sum_{i=1}^{n_n} \varphi_i u_i \quad (3.18)$$

où  $\varphi_i$  est une fonction d'approximation définie sur les  $n_n$  nœuds de l'élément.

Dans Poly3D<sup>TM</sup>, les fonctions d'approximation  $\varphi$  sont équivalentes aux fonctions tests  $\phi$  (méthode de Galerkin). On arrive alors à :

$$\sum_{l=1}^{n_{el}} \sum_{i=1}^{n_n} \left[ u_i \int_{\Omega_{el}} \phi F(\varphi_i) d\Omega_{el} - \int_{\Omega_{el}} \phi f d\Omega_{el} \right] = 0 \quad (3.19)$$

qu'on peut traduire sous forme matricielle par :

$$[A] \{u\} = \{b\} \quad (3.20)$$

### 3.II.3) Choix des éléments :

#### 3.II.3.1) Géométrie :

Dans notre problème tridimensionnel, à cause de la géométrie complexe, les éléments tétraédriques ont été utilisés. Ceux-ci sont flexibles, et s'adaptent facilement à une géométrie irrégulière. D'autre part, ils permettent la génération de maillages non structurés comportant

généralement moins d'éléments que les maillages structurés, à précision égale [Bertrand 1995].

### 3.II.3.2) Approximation :

On a vu que les fonctions d'approximation sont définies sur un certain nombre de nœuds. Ces nœuds d'approximation ne sont pas nécessairement les mêmes que les nœuds géométriques définissant la topologie des éléments.

En outre, dans le cas des équations de mouvement (3.3), le problème est mixte : il faut choisir une approximation pour la vitesse et pour la pression. Ces deux approximations ne sont pas indépendantes et doivent obéir à une certaine compatibilité théorique exprimée par la condition de Brezzi-Babuska.

Les éléments utilisés dans nos simulations, respectant cette condition, sont des éléments appelés  $P_1^+-P_0$  ou bien des éléments appelés  $P_2^+-P_1$ .

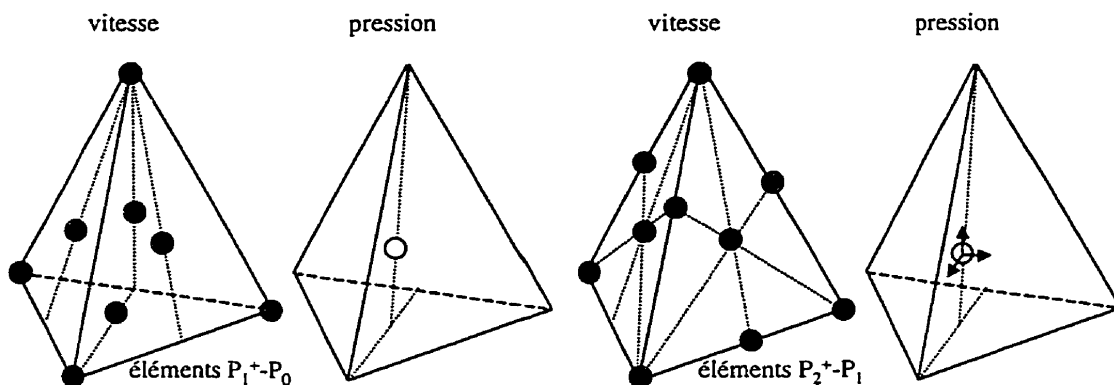


Figure 3.3 : Exemples d'éléments tétraédriques

Dans le cas des éléments  $P_1^+-P_0$ , l'interpolation est faite sur huit nœuds pour la vitesse, quatre nœuds correspondants aux sommets (les nœuds géométriques) et quatre nœuds correspondants aux milieux des faces. La pression est discontinue, constante dans chaque élément.

Dans le cas des éléments  $P_2^+-P_1$ , l'interpolation est cette fois faite sur 15 nœuds pour la vitesse (4 sommets, 6 milieux d'arêtes, 4 milieux de faces et le barycentre du tétraèdre). Quant à la

pression, elle est approchée de façon linéaire. Ce deuxième type d'élément est donc plus précis que le premier, mais aussi plus gourmand en ressources informatiques.

Parmi d'autres éléments respectant la condition de Brezzi-Babuska, les éléments  $P_1^+-P_0$  et  $P_2^+-P_1$  sont les plus recommandés. Les matrices qu'ils génèrent sont bien conditionnées permettant ainsi de minimiser le nombre d'itérations de convergence [Poly3D 1994].

### 3.II.4) Résolution du système d'équations :

Il faut résoudre un système d'équations tel que (3.20) comprenant entre 50 000 et 150 000 équations, soumis à la contrainte qu'est l'incompressibilité du fluide.

L'algorithme utilisé dans Poly3D™ est celui d'Uzawa (pour plus de détails [Fortin 1982]) qui est un algorithme de lagrangien augmenté (introduction d'un multiplicateur de Lagrange pour la contrainte d'incompressibilité, associé à une pénalisation pour faciliter la convergence).

Dans le cadre de notre étude, toutes les simulations ont été effectuées sur deux des ordinateurs de l'URPEI, un IBM RISC 6000/550 (vitesse 25 MFlops, LINPACK), et un IBM RISC 6000/590 (vitesse 75 MFlops).

### 3.II.5) Méthode des éléments finis virtuels :

Dans le cadre de la simulation du ruban hélicoïdal, nous avons également utilisé la méthode des éléments finis virtuels [Bertrand 1997]. Cette technique permet d'imposer à l'aide de points de contrôle des contraintes cinématiques à l'intérieur d'un maillage donné.

Supposons un domaine de forme simple comme un cylindre. Le maillage volumique de ce cylindre est très facile à réaliser. Supposons maintenant une forme de géométrie complexe à l'intérieur de ce cylindre. Le maillage tridimensionnel de l'ensemble (cylindre - forme complexe) peut s'avérer très coûteux en terme d'éléments (et donc de mémoire et de temps pour les

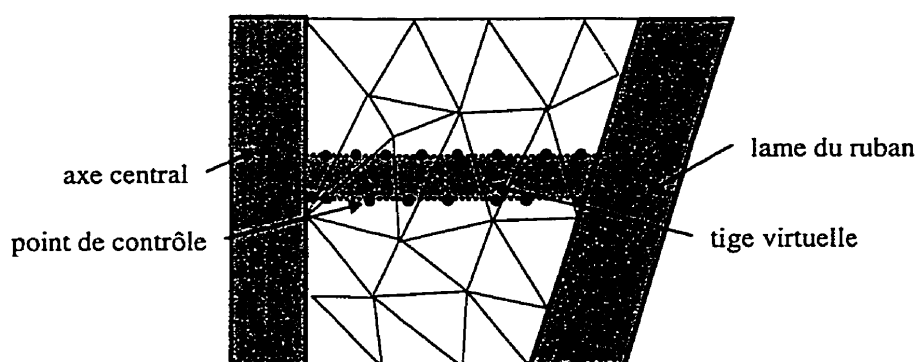
simulations), voir même impossible à réaliser.

La méthode des éléments finis virtuels permet de passer outre cet obstacle. En effet, elle nécessite seulement le maillage volumique du cylindre et indépendamment du premier, le maillage surfacique de la forme complexe. Les maillages surfaciques sont bien plus faciles à créer que les maillages volumiques.

Cette méthode s'avère également très utile pour la simulation de problèmes à domaine mobile ou déformable. C'est en particulier le cas des malaxeurs à mouvement planétaire que nous avons évoqués dans la revue bibliographique. Dans ce type de problème, l'approche lagrangienne (agitateur fixe et cuve mobile) ne pouvait être utilisée. La méthode des éléments finis virtuels évite que le domaine ne soit remaillé à chaque itération du fait du mouvement des pales. Ce sont les points de contrôle qui sont mobiles.

Dans notre cas, on a utilisé cette méthode de par l'impossibilité de mailler l'ensemble (cuve - (ruban + tiges)) avec un nombre raisonnable d'éléments, à cause de la petite taille des tiges de raccord de l'agitateur sur l'axe de rotation. Le maillage du volume (cuve - (ruban + axe central)), et le maillage surfacique des tiges ont été réalisés.

La simulation a été effectuée dans le repère lagrangien (agitateur fixe).



*Figure 3.4 : Schéma du maillage du ruban hélicoïdal*

Si le nombre de points de contrôle, et donc de contraintes est supérieur au nombre de degrés de liberté, le problème ne peut être résolu. C'est pourquoi seuls deux points de contrôle existent

dans chaque tétraèdre traversé par la tige virtuelle.

### 3.III. TRAITEMENT DE LA RHÉOLOGIE

#### 3.III.1) Méthode de décomposition-coordination par lagrangien augmenté :

Les deux équations d'état rhéologique (3.12) et (3.13) sont fortement non linéaires et elles rendent la modélisation numérique beaucoup plus difficile que le cas newtonien.

Pour éliminer cette non linéarité, Poly3D™ utilise une méthode de décomposition-coordination par lagrangien augmenté ([Tanguy 1984] d'après [Fortin 1982]). Elle consiste à introduire un tenseur auxiliaire discontinu  $\underline{\underline{\delta}}$  en même temps qu'une contrainte d'égalité sur ce tenseur  $\underline{\underline{\delta}} = \underline{\underline{\dot{\gamma}}}$ . On a alors deux multiplicateurs de Lagrange et deux paramètres de pénalisation. Cette méthode permet dans le processus itératif, de décomposer le problème : dans un premier temps, traitement de l'équation d'état rhéologique, puis traitement de l'équation de mouvement.

En ce qui concerne l'équation d'état rhéologique, on peut montrer qu'il faut résoudre :

$$\left[ 2\eta(|\underline{\underline{\delta}}|^2) + R \right] \underline{\underline{\delta}} + \underline{\underline{\beta}} = 0 \quad (3.21)$$

où :  $\underline{\underline{\delta}}$  est le tenseur auxiliaire,

$R$  est une fonction du paramètre de pénalisation,

$\underline{\underline{\beta}}$  est une fonction du multiplicateur de Lagrange associé à la contrainte  $\underline{\underline{\delta}} = \underline{\underline{\dot{\gamma}}}$ , du paramètre de pénalisation et du tenseur vitesse de cisaillement,  $\underline{\underline{\dot{\gamma}}}$ .

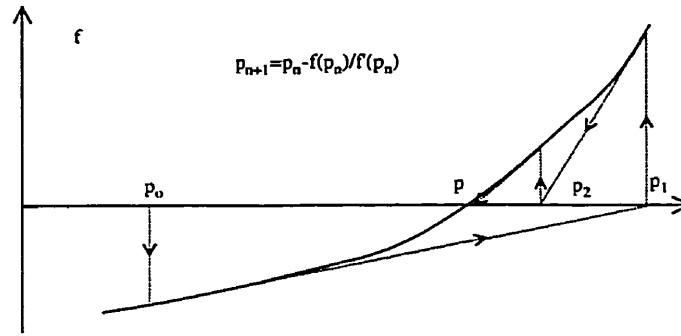


Figure 3.5 : Méthode de Newton-Raphson

On résout d'abord par une méthode classique de Newton-Raphson (voir Figure 3.5) :

$$f = [2\eta(|\underline{\underline{\delta}}|^2) + R] |\underline{\underline{\delta}}| - |\underline{\underline{\beta}}| = 0 \quad (3.22)$$

puis on réinjecte  $|\underline{\underline{\delta}}|$  dans (3.21) pour connaître  $\underline{\underline{\delta}}$ .

La méthode de Newton-Raphson nécessite la connaissance de la dérivée de  $f$  par rapport à  $|\underline{\underline{\delta}}|$ . Pour le premier modèle, on a :

$$f = \sqrt{2} \sigma_e + A + [\sqrt{2}(\sigma_e - \sigma_o) + B - A] e^{-Ct} + R |\underline{\underline{\delta}}| - |\underline{\underline{\beta}}| \quad (3.23)$$

avec :  $A = k_e \sqrt{2}^{n_e+1} |\underline{\underline{\delta}}|^{n_e}$  et  $B = k_o \sqrt{2}^{n_o+1} |\underline{\underline{\delta}}|^{n_o}$  (3.24) et (3.25)

$$C = k \sqrt{2}^n |\underline{\underline{\delta}}|^n \quad (3.26)$$

$$\text{et : } \frac{df}{d|\underline{\underline{\delta}}|} = \frac{A n_e + e^{-Ct} \{B n_o - A n_e - Ct [\sqrt{2}(\sigma_e - \sigma_o) + B - A]\}}{|\underline{\underline{\delta}}|} + R \quad (3.27)$$

Pour le deuxième modèle : (3.28)

$$f = \sqrt{2} \left\{ \sigma_o + \Delta \sigma \lambda(|\underline{\underline{\delta}}|) + [K + \Delta K \lambda(|\underline{\underline{\delta}}|)] [\sqrt{2} (|\underline{\underline{\delta}}|)]^h \right\} + R |\underline{\underline{\delta}}| - |\underline{\underline{\beta}}|$$

avec :  $A = k_d (\sqrt{2} |\underline{\underline{\delta}}|)^a$  et  $B = k_r (\sqrt{2} |\underline{\underline{\delta}}|)^b$  (3.29) et (3.30)

$$\lambda(|\underline{\underline{\delta}}|) = \frac{B + [(A + B) \lambda_o - B] e^{-t(A+B)}}{A + B} \quad (3.31)$$

$$\text{et : } \frac{df}{d|\underline{\underline{\delta}}|} = \sqrt{2} \left\{ \Delta \sigma \lambda' + \left[ \frac{(K + \Delta K \lambda) n}{|\underline{\underline{\delta}}|} + \Delta K \lambda' \right] [\sqrt{2} (|\underline{\underline{\delta}}|)]^h \right\} + R \quad (3.32)$$

$$\text{avec : } \lambda' = \frac{B' + e^{-t(A+B)} \{ -t(A' + B')[(A+B)\lambda_o - B] + (A' + B')\lambda_o - B \}}{A+B} \quad (3.33)$$

$$A' = \frac{a A}{|\underline{\underline{\delta}}|} \text{ et } B' = \frac{b B}{|\underline{\underline{\delta}}|} \quad (3.34) \text{ et } (3.35)$$

### 3.III.2) Solution de l'équation $f = 0$ :

Avant de résoudre  $f = 0$ , il faut s'assurer qu'il existe bien une solution.

#### 3.III.2.1) Fluide de type loi de puissance :

Examinons tout d'abord la cas d'un fluide de type loi de puissance :

$$\eta = K \left( \sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}| \right)^{n-1} \quad (3.36)$$

L'équation (3.22) à résoudre devient dans ce cas :

$$f = K \sqrt{2}^{n+1} |\underline{\underline{\delta}}|^n + R |\underline{\underline{\delta}}| - |\underline{\underline{\beta}}| = 0 \quad (3.37)$$

$f$  est continue, croissante, elle vaut  $-|\underline{\underline{\beta}}|$  qui est négatif, en zéro, et tend vers l'infini lorsque  $|\underline{\underline{\delta}}|$  tend vers l'infini : il existe donc (théorème de Rolle) un  $|\underline{\underline{\delta}}^o|$  tel que  $f(|\underline{\underline{\delta}}^o|)$  soit nul.

#### 3.III.2.2) Fluide à seuil :

Examinons maintenant le cas d'un fluide obéissant à une loi de type Herschel-Bulkley :

$$\eta = \frac{\sigma_o}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + K \left( \sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}| \right)^{n-1} \quad (3.38)$$

L'équation (3.22) devient cette fois :

$$f = \sqrt{2} \sigma_o + K \sqrt{2}^{n+1} |\underline{\underline{\delta}}|^n + R |\underline{\underline{\delta}}| - |\underline{\underline{\beta}}| = 0 \quad (3.39)$$

$f$  est continue, croissante mais elle vaut  $\sqrt{2} \sigma_o - |\underline{\underline{\beta}}|$  en  $|\underline{\underline{\delta}}| = 0$ . Pour que l'équation (3.37) ait une solution, on doit avoir :



$$|\underline{\underline{\beta}}| \geq \sqrt{2} \sigma_o \quad (3.40)$$

Cette condition n'est pas seulement mathématique, elle exprime simplement le seuil d'écoulement. Si  $|\underline{\underline{\beta}}|$  est inférieur à  $\sqrt{2}\sigma_o$ , c'est-à-dire le minimum de la fonction  $g$  définie

$$\text{par :} \quad g = \sqrt{2}\sigma_o + K \sqrt{2}^{n+1} |\underline{\underline{\delta}}|^n + R |\underline{\underline{\delta}}| \quad (3.41)$$

il n'y a pas d'écoulement :  $|\underline{\underline{\delta}}|$  c'est-à-dire  $|\underline{\underline{\dot{\gamma}}}|$  est nul.

### 3.III.2.3) Fluide thixotrope :

Les modèles de thixotropie représentent le comportement de fluides à seuil, ce seuil évoluant avec le temps. Pour le premier type (loi exponentielle) le seuil varie entre  $\sigma_o$  à  $t = 0$  et  $\sigma_e$  pour  $t$  suffisamment grand. En ce qui concerne les lois avec paramètre de structure, le seuil est exprimé par :

$$\sigma_o + \Delta\sigma.\lambda(t) \quad (3.42)$$

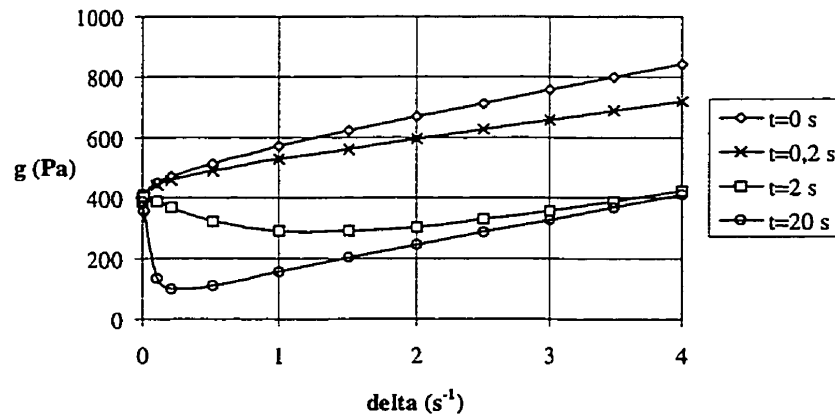


Figure 3.6 : Évolution du seuil d'un fluide thixotrope avec le temps

( $\sigma_e=35$  ;  $K_e=22$  ;  $n_e=0,5$  ;  $\sigma_o=275$  ;  $K_o=70$  ;  $n_o=0,29$  ;  $K=0,42$  ;  $n=0,8$ ) [Magnin 1994]

On voit donc que le seuil est une fonction du temps (voir Figure 3.6). Les formulations mathématiques des modèles ne permettent pas de connaître de façon analytique ce seuil, c'est-à-

dire le minimum des fonctions équivalentes à  $g$  (3.41).

Même si  $\lambda$  est une fonction du temps  $t$  et de la vitesse de cisaillement  $|\dot{\gamma}|$ , le seuil n'est pas une fonction de  $|\dot{\gamma}|$ . C'est le minimum de la fonction  $g$ . Le minimum d'une fonction  $f(x)$  est indépendant de  $x$ . Physiquement, le seuil d'écoulement d'un fluide ne dépend que du fluide, il ne dépend pas de l'écoulement auquel il est soumis.

Nous avons donc choisi de minimiser ces fonctions  $g$  afin de savoir si  $|\underline{\beta}| \geq \min g$ , et donc de savoir si  $f = 0$  admet une solution, ou physiquement, si le fluide s'écoule.

### 3.III.3) Minimisation des fonctions $g$ :

L'algorithme implanté est un algorithme de bisection (ou dichotomie). Le critère permettant de restreindre à l'une des deux moitiés de l'intervalle est le signe du gradient. Dans la mesure où  $|\underline{\delta}| \approx |\dot{\gamma}|$ , l'intervalle de départ choisi est  $[0 ; 100 |\dot{\gamma}|]$ .

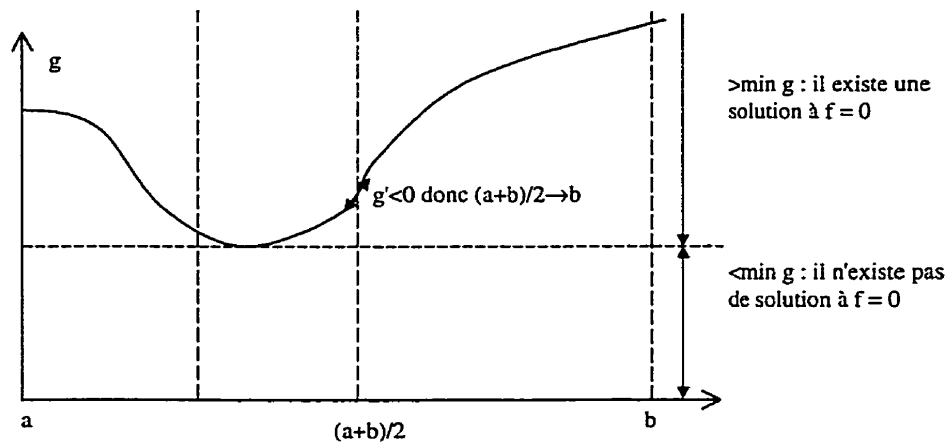


Figure 3.7 : Algorithme de minimisation

Il est sans intérêt dans notre cas de résoudre  $g' = 0$  car la plupart du temps, cette équation n'a pas de solution. On peut s'en rendre compte sur la Figure 3.6 où pour  $t = 0$  ou  $t = 0,2$  le

minimum de  $f$  est en  $|\underline{\underline{\delta}}| = 0$ , où  $g'$  n'est pas nul.

### 3.III.4) Validation des modules implantés dans Poly3D™ :

Les deux modules implantés pour ces cas particuliers de modèles thixotropes ont bien entendu été validés.

Aucun écoulement même très simple comme un écoulement de Poiseuille n'admet de solution analytique avec ces modèles. Nous avons donc dans un premier temps comparé les résultats des simulations dans des cas limites où une solution analytique existe, et dans un second temps, comparé les deux modèles entre eux avec un choix adéquat de paramètres.

#### 3.III.4.1) Comparaison avec des solutions analytiques :

On remarque pour les deux modèles qu'à  $t = 0$ , le comportement du fluide est celui d'un fluide d'Herschel-Bulkley.

Pour le premier type de modèle (équation (3.12) à  $t = 0$ ) :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \underline{\underline{\dot{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_o}{\sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}|} + K_o \left( \sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}| \right)^{n_o-1} \right] \quad (3.43)$$

et pour le deuxième, à  $t = 0$ ,  $\lambda = \lambda_o$  (3.14), donc (3.13) devient :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \underline{\underline{\dot{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_o + \Delta \sigma \lambda}{\sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}|} + (K + \Delta K \cdot \lambda_o) \left( \sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}| \right)^{n-1} \right] \quad (3.44)$$

Pour  $t \rightarrow \infty$ , c'est-à-dire lorsque le fluide n'évolue plus avec le temps, on a :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2 \underline{\underline{\dot{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_e}{\sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}|} + K_e \left( \sqrt{2} |\underline{\underline{\dot{\gamma}}}| \right)^{n_e-1} \right] \quad (3.45)$$

Le deuxième type ne permet pas d'établir d'autre solution simple avec cette seule condition.

Il faut en outre  $k_r \gg k_d$  ou  $k_d \gg k_r$ . Alors pour  $t \rightarrow \infty$  :

$$\text{si } k_d \ll k_r \text{ alors } \lambda \rightarrow 0 \text{ et } \underline{\underline{\sigma}} = -2 \dot{\underline{\underline{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_o}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + K (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} \right] \quad (3.46)$$

$$\text{si } k_r \ll k_d \text{ alors } \lambda \rightarrow 1 \text{ et } \underline{\underline{\sigma}} = -2 \dot{\underline{\underline{\gamma}}} \left[ \frac{\sigma_o + \Delta \sigma}{\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|} + (K + \Delta K) (\sqrt{2} |\dot{\underline{\underline{\gamma}}}|)^{n-1} \right] \quad (3.47)$$

D'autre part, dans un écoulement de Poiseuille, il est possible de déterminer analytiquement le profil de vitesse d'un fluide d'Herschel-Bulkley.

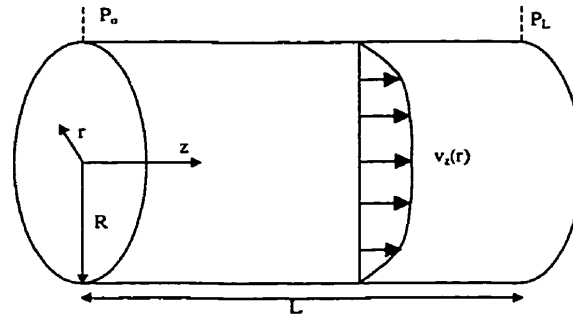


Figure 3.8 : Écoulement de Poiseuille

Supposons un écoulement laminaire, isotherme, en régime permanent, le profil de vitesse étant établi (pas d'effets de bouts). On pose également qu'il n'y a pas de glissement à la paroi, et que  $v_z = v_z(r)$  et  $v_r = v_\theta = 0$ .

La composante axiale (en  $z$ ) de l'équation de mouvement se réduit avec ces hypothèses à :

$$\sigma_{rz} = \frac{P_o - P_L}{2L} r = \sigma_R \left( \frac{r}{R} \right) \quad (3.48)$$

où  $\sigma_R$  est la contrainte à la paroi.

Le comportement rhéologique est représenté par :

$$\sigma_{rz} = \sigma_o + K \dot{\gamma}^n \quad (3.49)$$

Ces deux équations combinées donnent :

$$\frac{dv_z}{dr} = - \left( \frac{\sigma_R}{K} \frac{r}{R} - \frac{\sigma_o}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.50)$$

Si le gradient de pression est assez élevé pour briser le seuil d'écoulement, ( $\Delta P > 2\sigma_o L / R$ ), le fluide peut s'écouler. Deux zones se forment. A l'intérieur d'un certain rayon, le fluide s'écoule en bloc (écoulement piston ou bouchon). Au delà de ce rayon, la vitesse varie entre zéro et la vitesse de ce "bloc".

Après intégration, en posant comme condition limite  $v_z(R) = 0$ , on a :

$$\text{si } r > \frac{\sigma_o}{\sigma_R} R, \quad v_z = \left( \frac{\sigma_R}{K} \right)^{\frac{1}{n}} R \frac{n}{n+1} \left[ \left( 1 - \frac{\sigma_o}{\sigma_R} \right)^{\frac{n+1}{n}} - \left( \frac{r}{R} - \frac{\sigma_o}{\sigma_R} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] \quad (3.51)$$

et en considérant qu'il y a continuité de la vitesse en  $r = R \sigma_o / \sigma_R$  :

$$\text{si } r < \frac{\sigma_o}{\sigma_R} R, \quad v_z = \left( \frac{\sigma_R}{K} \right)^{\frac{1}{n}} R \frac{n}{n+1} \left( 1 - \frac{\sigma_o}{\sigma_R} \right)^{\frac{n+1}{n}} \quad (3.52)$$

Pour  $n = 1$ , on retrouve bien le profil de vitesse d'un fluide de Bingham (équation 2.3-25 dans [Bird 1960] et également [Escudier 1996]).

### 3.III.4.2) Comparaison des deux modèles entre eux :

Le problème avec les comparaisons précédentes est qu'elles ne font pas intervenir le paramètre temps qui est essentiel dans le phénomène de thixotropie.

Rappelons les expressions des premier et deuxième types de modèles :

$$\sigma = \sigma_e + K_e \dot{\gamma}^{n_e} + \left( \sigma_o - \sigma_e + K_o \dot{\gamma}^{n_o} - K_e \dot{\gamma}^{n_e} \right) e^{-K \dot{\gamma} \tau} \quad (3.53)$$

$$\begin{aligned} \sigma &= \sigma_o + \Delta \sigma \lambda + (K + \Delta K \lambda) \dot{\gamma}^n \\ &= \sigma_o + K \dot{\gamma}^n + (\Delta \sigma + \Delta K \dot{\gamma}^n) \lambda \end{aligned} \quad (3.54)$$

Si le  $\lambda$  du deuxième modèle est égal à l'exponentielle du premier, on peut trouver les paramètres pour rendre les deux modèles égaux. Ceci est possible (voir équation 3.14) si  $k_d = 0$  ou  $k_r = 0$ . Dans le premier cas, la cinétique de déstructuration est nulle. Le fluide ne peut que se

restructurer :  $\lambda$  croît en tendant vers 1. Dans le cas  $k_r = 0$ , le phénomène est inverse : seule la déstructuration est présente et  $\lambda$  diminue vers zéro. On a alors :

$$\underline{k_d = 0} : \quad \lambda = 1 + (\lambda_o - 1) e^{-k_r \dot{\gamma}^b t} \quad (3.55)$$

$$\begin{aligned} \sigma &= (\sigma_o + \Delta\sigma) + (K + \Delta K) \dot{\gamma}^n + (\Delta\sigma \lambda_o - \Delta\sigma + \Delta K \lambda_o \dot{\gamma}^n - \Delta K \dot{\gamma}^n) e^{-k_r \dot{\gamma}^b t} \\ &= \sigma_e + K_e \dot{\gamma}^{n_e} + (\sigma_o - \sigma_e + K_o \dot{\gamma}^{n_o} - K_e \dot{\gamma}^{n_e}) e^{-K \dot{\gamma}^n t} \end{aligned} \quad (3.56)$$

En identifiant terme à terme, on établit la correspondance entre les paramètres des deux modèles (voir Tableau 3.1).

Tableau 3.1 : Comparaison de deux modèles thixotropes ( $k_d = 0$ )

paramètres 1 <sup>er</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle	paramètres 1 <sup>er</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle
$n_e = n_o = n$		$K_e = \Delta K$		$k_d = 0$
$\sigma_o = \Delta\sigma \lambda_o$		$K = k_r$		$a = 1$
$\sigma_e = \Delta\sigma$		$n = b$		$\sigma_o = 0$
$K_o = \Delta K \lambda_o$				$K = 0$

$$\underline{k_r = 0} : \quad \lambda = \lambda_o e^{-k_d \dot{\gamma}^b t} \quad (3.57)$$

$$\begin{aligned} \sigma &= \sigma_o + K \dot{\gamma}^n + (\Delta\sigma \lambda_o + \Delta K \lambda_o \dot{\gamma}^n) e^{-k_d \dot{\gamma}^b t} \\ &= \sigma_e + K_e \dot{\gamma}^{n_e} + (\sigma_o - \sigma_e + K_o \dot{\gamma}^{n_o} - K_e \dot{\gamma}^{n_e}) e^{-K \dot{\gamma}^n t} \end{aligned} \quad (3.58)$$

En identifiant terme à terme, on établit à nouveau la correspondance (voir Tableau 3.2).

Tableau 3.2 : Comparaison de deux modèles thixotropes ( $k_r = 0$ )

paramètres 1 <sup>er</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle	paramètres 1 <sup>er</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle	paramètres 2 <sup>nd</sup> modèle
$n_e = n_o = n$		$K_o - K_e = \Delta K \lambda_o$		$k_r = 0$
$\sigma_e - \sigma_o = \Delta\sigma \lambda_o$		$K = k_d$		$b = 1$
$\sigma_e = \sigma_o$		$n = a$		
$K_e = K$				

### 3.III.4.3) Résultats :

Nous montrons ici quelques résultats obtenus lors de la validation. Les simulations ont été effectuées avec un maillage comportant 3008 éléments  $P_2^+ - P_1$ , soit 14147 nœuds et 36901 équations. On impose une certaine perte de charge, 125 Pa, ainsi qu'une vitesse nulle à la paroi. Cette perte de charge est très petite mais la simulation n'a que pour seul objet la validation des modifications apportées.

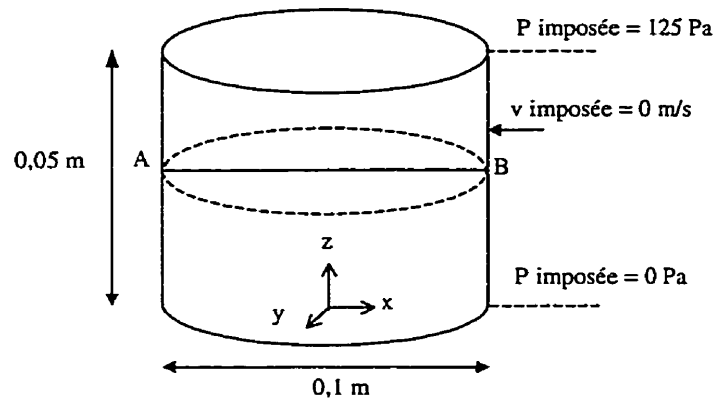


Figure 3.9 : Conditions limites et géométrie d'une validation

Le modèle rhéologique simulé est un modèle avec paramètre de structure et les différents paramètres sont les suivants :

$$\begin{array}{llll} \sigma_0 = 5 \text{ Pa} & K = 5 & n = 0,8 & a = 1 \\ \Delta\sigma = 20 \text{ Pa} & \Delta K = 10 & \lambda_0 = 0,5 & b = 1 \end{array}$$

1<sup>er</sup> cas :  $k_d = 0$  et  $k_r = 0,1$

Comme nous l'avons vu,  $\lambda$  tend vers un lorsque  $t$  tend vers l'infini. Le seuil augmente et le fluide a plus de mal à s'écouler, sa vitesse diminue. On a comparé d'une part le résultat à  $t = 0$  s et d'autre part à  $t$  très grand avec les solutions analytiques du profil de vitesse d'un fluide d'Herschel-Bulkley.

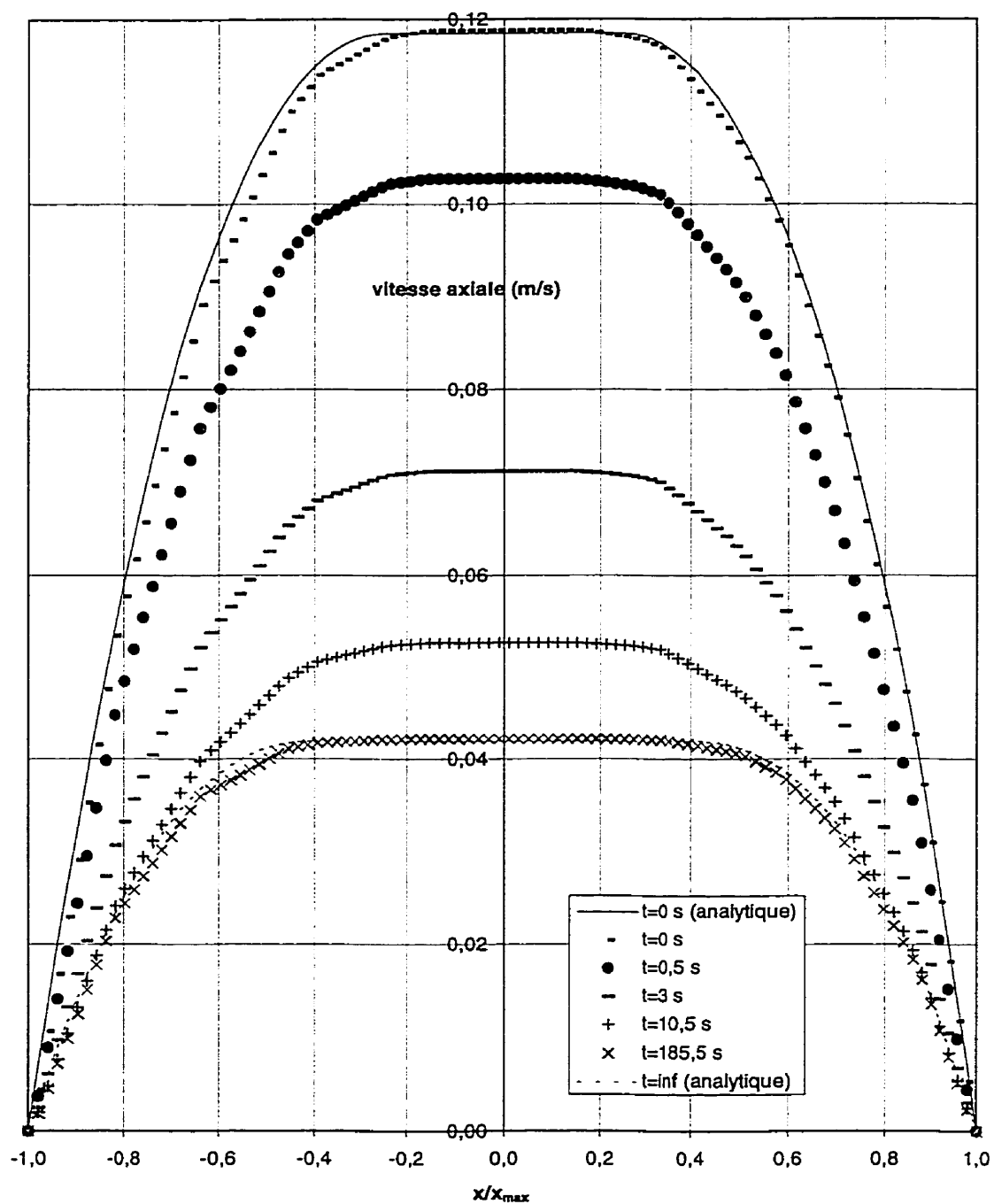


Figure 3.10 : Profil de vitesse d'un fluide thixotrope dans une conduite circulaire (restructuration seule,  $k_1=0$ )



La Figure 3.10 représente le profil de vitesse sur le segment [A;B] (voir Figure 3.9). On peut constater que les simulations sont tout à fait en accord avec le résultat escompté. Les différences maximales sont de l'ordre de 2% pour les deux cas limites.

Les imprécisions que l'on peut apercevoir pour  $-0,4 < x/x_{\max} < -0,2$  à  $t = 0$  par exemple sont des erreurs dues au maillage utilisé. Même si celui-ci comporte 3008 éléments, une coupe suivant le plan xy (voir Figure 3.11 représentant la surface supérieure) ne comporte qu'environ 150 triangles, soit environ dix nœuds géométriques sur un diamètre.

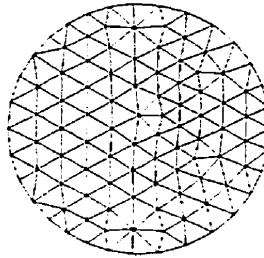


Figure 3.11 : Surface du maillage

2<sup>e</sup> cas :  $k_d = 0,1$  et  $k_r = 0$

Cette fois  $\lambda$  diminue vers zéro. Le seuil diminue et la vitesse du fluide augmente. Les résultats, non représentés ici sont semblables à ceux du cas précédent, c'est-à-dire en accord avec la prédiction.

### 3.IV. OUTILS D'ANALYSE DES RÉSULTATS

#### 3.IV.1) Puissance consommée :

Une fois la simulation effectuée, le champ de vitesse est connu partout dans la cuve. Les gradients sont également connus à chaque nœud. Ils sont lissés en tenant compte de la contribution des différents éléments pour un même nœud. A partir de la loi de viscosité, on

a accès à la viscosité et aux contraintes.

Le couple exercé sur la frontière  $\Gamma$  du réservoir peut être exprimé par :

$$\mathbf{M} = \int_{\Gamma} (\bar{\mathbf{n}} \cdot \boldsymbol{\sigma}) \times \bar{\mathbf{r}} \, d\Gamma \quad (3.59)$$

où  $\bar{\mathbf{n}}$  est le vecteur normal à la frontière et  $\bar{\mathbf{r}}$  le rayon vecteur entre  $\Gamma$  et l'axe central du réservoir. On peut donc accéder à la puissance d'agitation  $P = 2\pi N M$ .

Il est également possible d'estimer la puissance d'agitation avec la puissance dissipée par friction dans le domaine  $\Omega$  :

$$P = \int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\gamma}} \, d\Omega \quad (3.60)$$

Ces deux équations sont semblables d'un point de vue mathématique. D'un point de vue informatique, la seconde expression est préférable car elle fait intervenir la totalité des nœuds et pas seulement ceux de la surface. C'est cette façon de calculer  $P$  qui est utilisée dans Poly3D™.

### 3.IV.2) Vitesse, cisaillement, contraintes :

Les composantes (dans le repère cartésien) et la norme de la vitesse sont accessibles. La composante  $v_z$  permet par exemple d'évaluer le pompage axial engendré par le mouvement de l'agitateur.

Il en est de même pour le tenseur cisaillement et le tenseur des contraintes. La norme du tenseur est définie comme la racine carrée de la somme du carré de chacune des composantes

du tenseur :

$$|\underline{\dot{\boldsymbol{\gamma}}}| = \sqrt{\sum \dot{\gamma}_{ij}^2} \quad (3.61)$$

### 3.IV.3) Trajectoires :

On peut également représenter les trajectoires de traceurs (particules fictives de masse et

volume nuls). En fixant une position de départ et un certain pas de temps  $dt$ , la vitesse étant connue dans chacune des directions, on peut calculer la position à  $t+dt$ . Les trajectoires ainsi calculées le sont dans le repère utilisé lors de la simulation, c'est-à-dire la cuve tournant et le mobile d'agitation fixe (repère lagrangien). Ainsi la trajectoire d'une particule immobile dans le repère eulérien sera représentée par un cercle dans le repère lagrangien.

### 3.IV.4) Zones solides :

#### 3.IV.4.1) Description :

Dans le cas des fluides à seuil, si la contrainte exercée est inférieure à la contrainte seuil, il n'y a pas de cisaillement. En agitant un tel fluide avec une turbine, on voit apparaître une caverne. A l'extérieur de cette caverne, il n'y a pas de mouvement, le cisaillement est nul : c'est la zone solide.

Dans la mesure où l'on connaît les contraintes et le cisaillement, la zone solide où  $|\underline{\dot{\gamma}}| = 0$  ou bien  $\sigma = \sigma_0$  est donc normalement accessible. Malheureusement sur le plan informatique, il est difficile de discriminer une zone à faible cisaillement d'une zone solide à cisaillement nul.

Par la méthode des inégalités variationnelles utilisée dans Poly3D™, on peut directement connaître cette zone solide [Huilgol 1995] [Fortin 1982].

Comme nous l'avons mentionné dans un paragraphe précédent, il faut résoudre l'équation (3.39) qui a une solution si le terme  $|\underline{\beta}|$  est supérieur à la contrainte. Un test a donc été introduit dans le logiciel. Si dans un élément  $|\underline{\beta}| \leq \sqrt{2\sigma_0}$ , alors l'élément est considéré comme zone solide. La précision sur la taille de la zone solide dépend donc directement de la taille des éléments.

Ce test est utilisé une fois la convergence atteinte. On relance alors le programme avec la

solution convergée comme solution initiale.

### 3.IV.4.2) Résultats préliminaires :

Avant d'utiliser cette technique dans des simulations d'agitation, nous l'avons testée dans deux cas différents.

Dans un premier temps, nous reprenons comme dans Fortin et Glowinski [Fortin 1982], le problème de la cavité avec paroi glissante, mais dans notre cas en trois dimensions. Il est à noter qu'il semblerait qu'aucun article ne traite de cette technique dans des simulations en trois dimensions.

Les conditions limites sont :

- ◆ sur les deux petites faces verticales 2 et 4, et sur la face supérieure 3, vitesse nulle ;
- ◆ sur les deux grandes faces verticales 5 et 6, vitesse libre ; on simule ainsi une boîte de très grande longueur suivant Oz dont notre maillage n'est qu'une coupe ;
- sur la petite face inférieure 1,  $V = 1 \text{ m/s}$ .

Le maillage comporte 9981 éléments  $P_1^+-P_0$ . Comme dans [Fortin 1982],  $\rho = 1 \text{ kg/m}^3$ , et le modèle rhéologique utilisé est le modèle de Bingham avec  $\eta_0 = 1 \text{ Pa.s}$ .

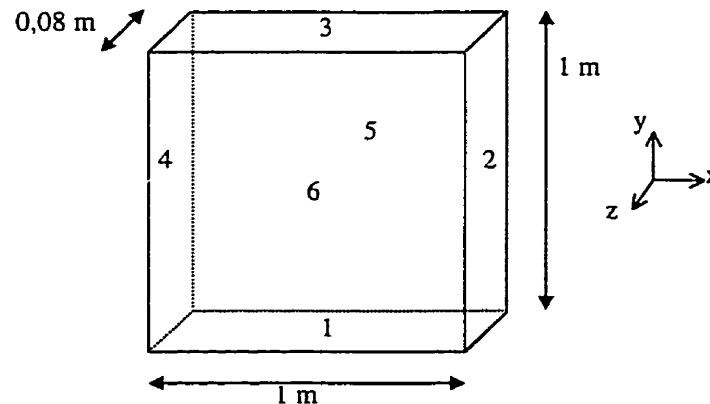


Figure 3.12 : Géométrie de la cavité

Le mouvement du fluide est donc limité à deux dimensions, dans le plan xy. Plus le seuil est important, et plus la zone solide située dans les coins supérieurs de la boîte est grande.

Nous donnons sur la Figure 3.13 l'évolution du nombre d'éléments de la zone solide en fonction du nombre de convergences successives pour  $\sigma_0 = 2,5 \text{ Pa}$ .

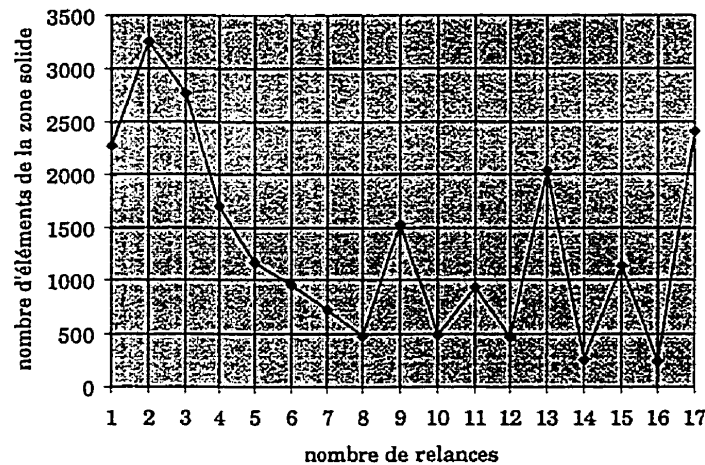


Figure 3.13 : Zone solide en fonction du nombre de convergences

Une autre géométrie a également été testée : elle consiste en un cylindre semblable à celui utilisé dans la paragraphe III.4.3, les éléments étant du type  $P_2^+-P_1$ . En fonction du seuil, une zone bouchon, la zone solide, existe, de rayon connu.

Une évolution semblable à la précédente a été notée. La zone solide ainsi délimitée correspond à peu près à la vraie zone solide, mais peut changer brutalement selon le nombre de relances.

### 3.IV.4.3) Commentaires :

Les résultats précédents ne sont pas satisfaisants. La méthode permet de connaître de façon qualitative la forme de la zone solide, mais une étude quantitative est difficile.

Le problème provient peut-être du type de convergence atteint. En effet, une solution est

considérée convergée si entre deux itérations successives  $i$  et  $i+1$ , les trois composantes de la vitesse n'ont pas évolué.

$$\max \frac{|v^{i+1} - v^i|}{v^{i+1}} < \text{tolérance} \quad (3.62)$$

La valeur de la tolérance est fixée par l'utilisateur (entre 5% avec la méthode des éléments finis virtuels et 1% en général). Mais d'autres tenseurs, comme les multiplicateurs de Lagrange n'ont pas forcément convergé dans le même ordre de grandeur. D'autre part, lors d'une relance à partir d'une solution convergée, plus d'une itération est nécessaire pour converger à nouveau, alors qu'a priori une seule suffit. L'allure d'un schéma de convergence est à peu près la suivante :

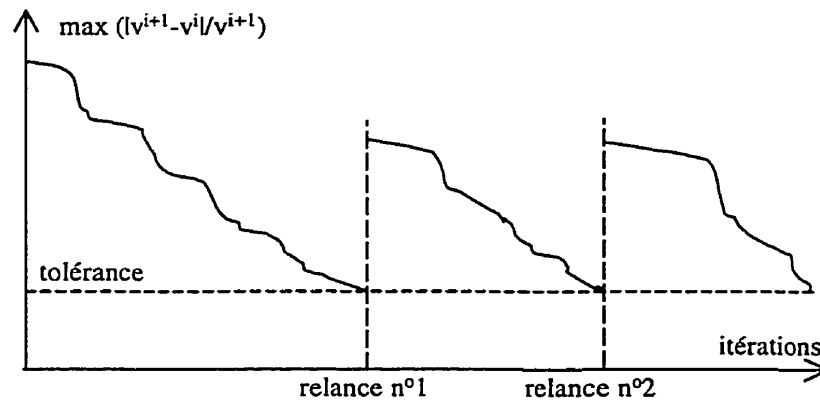


Figure 3.14 : Allure du schéma de convergence

Ceci peut s'expliquer par un problème de sauvegarde de certains vecteurs. La première itération après la convergence lorsque le programme est lancé à nouveau n'est pas équivalente à une itération qui suivrait cette itération sans quitter le programme.

Peut-être faudrait-il donc pour que la méthode soit plus efficace utiliser le test dans une seule itération subséquente à celle où la convergence en vitesse est obtenue, et ceci, sans quitter le programme. On éviterait ainsi de perdre l'information non transmise lorsque le programme

est arrêté.

Enfin, un autre critère est utilisé pour la convergence. Si la vitesse est inférieure à une certaine valeur appelée sensibilité, elle n'est pas prise en compte dans le test de convergence (3.62). Cette valeur a sûrement une influence sur la détermination de la zone solide pour des problèmes comme celui de la cavité avec plaque mobile. Dans les coins la vitesse est nulle, c'est la zone solide. À la limite entre cette zone et les zones où la vitesse n'est pas nulle, la sensibilité peut jouer quelque peu.

Quoi qu'il en soit, ces premiers résultats montrent que cette technique doit être étudiée plus à fond. Elle devrait être testée en deux dimensions (influence de la tolérance, de la sensibilité, du type d'éléments par exemple). Même si le passage de deux dimensions à trois n'est pas équivalent car le schéma de résolution est différent. De par le petit nombre d'équations mises en jeu, une méthode directe de type LU suffit en deux dimensions, et le schéma de la Figure 3.14 pourrait être différent.

La technique mérite d'être améliorée car elle a montré son intérêt dans la détermination numérique des zones solides [Huilgol 1995].

Avec ce paragraphe se clôt la partie consacrée à la modélisation numérique. Avant d'utiliser les outils décrits précédemment dans le cas particulier de l'agitation et d'analyser les résultats, il faut s'arrêter sur deux points précis : la consommation de puissance pour les fluides d'Herschel-Bulkley et les fluides thixotropes, et le nombre de Deborah thixotrope.

### 3.V. DÉVELOPPEMENTS

#### 3.V.1) Consommation de puissance :

La formule (2.66) permet de prédire la consommation de puissance d'agitation d'un fluide de Bingham. Essayons dans un premier temps de généraliser cette formule à des fluides d'Herschel-Bulkley, puis à des fluides thixotropes.

##### 3.V.1.1) Fluides d'Herschel-Bulkley :

♦ Comme d'habitude, on suppose que le régime est laminaire et que le concept de Metzner et Otto est vérifié. L'équation rhéologique est cette fois :

$$\sigma = \sigma_o + K \dot{\gamma}^n \quad (3.63)$$

On a alors :

$$N_p = \frac{K_p}{\rho N D^2} \left( \frac{\sigma_o}{k_s N} + K k_s^{n-1} N^{n-1} \right) \quad (3.64)$$

On peut alors définir à la place du nombre de Bingham ( $Bi = \sigma_o / N \eta_o$ ) un nombre de Herschel-Bulkley (appelé nombre de Bingham généralisé dans [Round 1993]) :

$$HB = \frac{\sigma_o}{N^n K} \quad (3.65)$$

Et plutôt qu'un nombre de Reynolds  $Re_b$ , on définit un nouveau nombre de Reynolds  $Re_{hb}$  :

$$Re_{hb} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K + \frac{\sigma_o}{N^n}} \quad (3.66)$$

Rappelons que pour un fluide loi de puissance, on avait :

$$Re_{lp} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (3.67)$$

On a alors en continuant le développement :



$$N_p = \frac{K_p k_s^{n-1}}{Re_p} \left[ \frac{HB}{k_s^n} + 1 \right] = N_{po} \left[ \frac{HB}{k_s^n} + 1 \right] \quad (3.68)$$

$k_s$  pourrait donc être déterminé à partir de :

$$k_s = \left( \frac{HB}{\frac{N_p}{N_{po}} - 1} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.69)$$

où  $N_{po}$  est le nombre de puissance pour un fluide loi de puissance avec  $K$  et  $n$  identiques aux  $k$  et  $n$  du fluide à seuil considéré. Cette formulation est pourtant erronée. Elle suppose en effet que le  $k_s$  obtenu avec le fluide loi de puissance (inclus dans  $N_{po}$ ) est identique au  $k_s$  obtenu avec un fluide à seuil. On ne peut donc pas utiliser la formule (3.69).  $k_s$  peut cependant être déterminé en résolvant l'équation suivante :

$$k_s^n - \left[ \frac{N_p Re_{lp}}{K_p} \right] k_s + HB = 0 \quad (3.70)$$

La formule (3.68) peut aussi s'écrire :

$$N_p = \frac{1}{Re_{hb}} \left[ \frac{K_p}{k_s} \left( 1 + \frac{k_s^n - 1}{HB + 1} \right) \right] \quad (3.71)$$

Le terme entre crochet n'est rien d'autre que  $K_p(HB)$  la constante de puissance pour un fluide d'Herschel-Bulkley équivalent à  $K_p(n)$  pour un fluide de type loi de puissance.

On pourrait avoir une formulation simple du nombre de puissance :

$$N_p = \frac{K_p(HB)}{Re_{hb}} \quad (3.72)$$

Mais, comme nous l'avons montré dans le paragraphe 2.II.1, mieux vaut ne pas utiliser cette équation et s'en tenir à la précédente pour ne pas oublier que  $HB$ , et donc  $K_p(HB)$  dépendent de la vitesse de rotation.

La formulation a priori de la puissance consommée est établie, mais elle repose sur l'hypothèse de  $k_s$  constant. Il faut vérifier cette hypothèse.

♦ Exprimons maintenant l'équation (3.64) en terme de couple,  $M$ , la quantité mesurée expérimentalement.

$$M = \frac{K_p}{k_s} \frac{D^3}{2\pi} \sigma_o + \frac{K_p}{k_s} \frac{D^3}{2\pi} K k_s^n N^n \quad (3.73)$$

Supposons que les paramètres rhéologiques ne soient pas connus, mais que  $K_p$  et  $k_s$  le soient. On peut alors à la manière de Roels et al. [Roels 1974] les déterminer.

Lorsque la vitesse tend vers zéro, le couple tend vers une valeur,  $M_o$  représentative du seuil

$$\sigma_o: \quad M_o = \frac{K_p}{k_s} \frac{D^3}{2\pi} \sigma_o \quad (3.74)$$

Ensuite, en ce qui concerne  $n$  et  $K$ , on a :

$$\ln (M - M_o) = \ln \left( \frac{K_p}{k_s} \frac{D^3}{2\pi} K \right) + n \ln (k_s N) \quad (3.75)$$

ce qui est l'équation d'une droite, la pente permettant d'arriver à  $n$ , et l'ordonnée à l'origine à  $K$ . Donc, au moins théoriquement, on peut accéder aux paramètres rhéologiques d'un fluide d'Herschel-Bulkley à partir de mesures de couple.

Supposons maintenant le cas opposé. On connaît  $\sigma_o$ ,  $K$  et  $n$  et on cherche  $K_p$  et  $k_s$ . Toujours lorsque  $N$  tend vers zéro, on a :

$$\frac{K_p}{k_s} = \frac{M_o}{\sigma_o} \frac{2\pi}{D^3} \quad (3.76)$$

D'autre part la pente  $\alpha$  de la droite  $M = f(N^n)$  est telle que :

$$\alpha = \frac{K_p}{k_s} \frac{D^3}{2\pi} K k_s^n \quad (3.77)$$

$$\Rightarrow \begin{cases} k_s = \left( \frac{\alpha}{M_o} \frac{\sigma_o}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \\ K_p = \frac{2\pi}{D^3} \left( \frac{\alpha}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \left( \frac{M_o}{\sigma_o} \right)^{1-\frac{1}{n}} \end{cases} \quad (3.78)$$

Donc, à partir de mesures de couple à différentes vitesses, on pourrait en principe connaître avec un seul fluide de type Herschel-Bulkley le  $K_p$  et le  $k_s$  caractéristiques d'un agitateur.

### 3.V.1.2) Fluides thixotropes :

L'approche est exactement la même, puisque les modèles thixotropes les plus courants sont une extension de la loi d'Herschel-Bulkley.

$$\sigma = (\sigma_o + \Delta\sigma\lambda) + (K + \Delta K\lambda) \dot{\gamma}^n \quad (3.79)$$

Le paramètre de structure  $\lambda$  est variable dans le temps, compris entre 0 et 1. Le nombre d'Herschel-Bulkley, lui aussi variable dans le temps est défini comme :

$$\mathbf{HB} = \frac{\sigma_o + \Delta\sigma\lambda}{N^n (K + \Delta K\lambda)} \quad (3.80)$$

et le nombre de Reynolds, également fonction du temps, est :

$$\mathbf{Re}_{hb} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{(K + \Delta K\lambda) + \frac{\sigma_o + \Delta\sigma\lambda}{N^n}} \quad (3.81)$$

La formule (3.71) est toujours applicable.

Dans la mesure où  $k_s$  serait à peu près constant, indépendant de HB, et donc du temps, il n'y aurait aucun problème particulier aux fluides thixotropes.

Il faut tout de même estimer  $\lambda$  en fonction de  $\dot{\gamma}$ . Est-ce que le  $\dot{\gamma}_c$  permet d'accéder à une valeur convenable du paramètre de structure ?

### 3.V.2) Nombre de Déborah thixotrope :

#### 3.V.2.1) Nombre de Déborah :

Dans le premier chapitre, nous avons évoqué le phénomène de viscoélasticité, phénomène quelque peu semblable à la thixotropie par sa dépendance temporelle.

Pour connaître l'importance de la composante élastique dans le comportement d'un fluide visco-élastique, on utilise un nombre adimensionnel, le nombre de Déborah défini par :

$$De = \frac{\text{temps caractéristique du liquide}}{\text{temps caractéristique du procédé}} \quad (3.82)$$

En agitation, le temps caractéristique du procédé est l'inverse de la vitesse angulaire. Le temps caractéristique du liquide est défini comme le temps de relaxation  $\lambda$ .

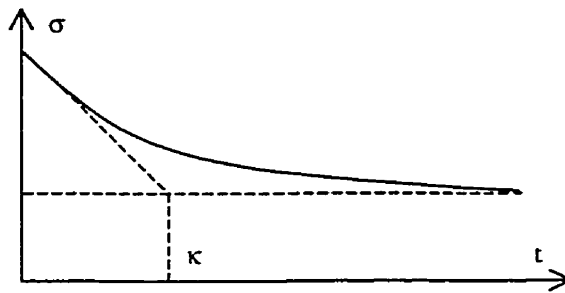


Figure 3.15 : Temps de relaxation pour un fluide visco-élastique

Avec le modèle d'un fluide de Maxwell :

$$\sigma + \kappa \frac{\delta \sigma}{\delta t} = \mu \dot{\gamma} \quad (3.83)$$

$$\text{et } \kappa = \frac{\mu}{G} \quad (3.84)$$

où  $G$  est le module élastique.

L'intérêt de ce nombre adimensionnel est de séparer deux types de comportement :

- ♦ pour  $De \ll 1$ , le fluide se comporte comme un fluide visqueux ;
- ♦ pour  $De \gg 1$ , le comportement est élastique.

### 3.V.2.2) Nombre de Déborah thixotrope :

On pourrait utiliser cette approche pour la thixotropie. Avec un nombre de Déborah convenablement défini, on aurait là aussi deux domaines ; l'un où la thixotropie a une influence (sur la consommation de puissance, ou sur l'écoulement), l'autre où elle pourrait être négligée. On trouve dans la littérature [Šesták 1987] et [Houška 1994] un tel nombre de Déborah thixotrope, même s'il n'est pas utilisé comme critère, mais simplement comme nombre adimensionnel plus facile à manipuler dans les calculs.

Pour le modèle de Magnin et al. [Magnin 1994] :

$$\begin{cases} \frac{d\sigma}{dt} + \frac{1}{\alpha}\sigma = \sigma_{gc} \\ t=0 \quad \sigma = \sigma_{go} \\ t=\infty \quad \sigma = \sigma_{gc} \end{cases} \Rightarrow \frac{\sigma - \sigma_{gc}}{\sigma_{go} - \sigma_{gc}} = e^{-\frac{t}{\alpha}} \quad (3.85)$$

$\alpha$  est le temps caractéristique du fluide.

De la même façon, avec le modèle de Cheng [Šesták 1982] :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_o + \Delta\sigma\lambda + K\dot{\gamma}^n & \text{si } \sigma \geq \sigma_o + \Delta\sigma\lambda \quad (\dot{\gamma} = 0 \text{ sinon}) \\ \frac{d\lambda}{dt} = -k_d\dot{\gamma}\lambda + k_r(1-\lambda) \end{cases} \quad (3.86)$$

soit :

$$\sigma = \sigma_o + \Delta\sigma \left\{ \frac{k_r}{k_r + k_d\dot{\gamma}} \left[ 1 - e^{-t(k_r + k_d\dot{\gamma})} \right] + \lambda_o e^{-t(k_r + k_d\dot{\gamma})} \right\} + K\dot{\gamma}^n \quad (3.87)$$

Le temps caractéristique serait :

$$\kappa = \frac{1}{k_r + k_d\dot{\gamma}} \quad (3.88)$$

Le problème qui survient avec ces définitions est la dépendance de ce temps caractéristique avec la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ , non uniforme dans la cuve. En utilisant le concept de Metzner et Otto, la difficulté pourrait être levée.

La méthode serait alors la suivante :

1. Un modèle rhéologique est connu ; le temps caractéristique est déduit de ce modèle ;
2. En considérant  $k_s$  constant, dépendant de l'agitateur et de la géométrie de la cuve, mais pas du fluide, on a accès à la vitesse de cisaillement équivalente, le temps caractéristique du fluide est calculé ;
3. Le temps caractéristique du procédé, fonction de la vitesse d'agitation est connu ;
4. Le nombre de Deborah thixotrope est calculé et selon sa valeur, on tient ou ne tient pas compte de la thixotropie.

Cette méthode repose sur deux hypothèses déjà évoquées,  $k_s$  est constant, et la vitesse de cisaillement équivalente  $\dot{\gamma}_e$  peut être utilisée pour accéder à  $\lambda$ .

Dans la mesure où aucune donnée expérimentale n'a été obtenue avec des fluides thixotropes, nous ne traiterons pas ce point plus en profondeur.

## CHAPITRE 4 : RÉSULTATS

Ce dernier chapitre sera consacré à l'analyse des résultats. Après avoir décrit le matériel utilisé, aussi bien expérimental que numérique, nous ferons le point sur la consommation de puissance des fluides à seuil et des fluides thixotropes, puis sur les vitesses de cisaillement dans la cuve de mélange et enfin sur les profils d'écoulement.

### 4.1. DESCRIPTION DES EXPERIENCES

#### 4.1.1) Étude expérimentale :

Les expériences ont été réalisées dans une cuve cylindrique transparente à fond plat de diamètre intérieur  $T = 0,21$  m et de hauteur 0,40 m. La plupart des cuves industrielles ont un fond bombé (hémisphérique ou elliptique) mais les fonds plats sont assez populaires pour les grandes cuves de stockage [Etchells 1987].

Nous avons utilisé trois agitateurs différents, une ancre, un ruban hélicoïdal et une turbine (voir Figure 4.1). Ces agitateurs sont très différents puisqu'ils induisent un mouvement respectivement tangentiel, hélicoïdal et radial. Les dimensions exprimées en mètres sont résumées dans le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Dimensions des agitateurs

	ancre	Ruban	turbine
T	0,21	0,21	0,21
H	0,22	0,215	0,21
H <sub>r</sub>	0,20	0,185	—
D	0,19	0,18	0,071
D <sub>a</sub>	0,013	0,013	0,013
D <sub>c</sub>	—	—	0,054
D <sub>1</sub>	—	—	0,022
H <sub>1</sub>	0,168	0,9	—
H <sub>2</sub>	—	0,13	—
W	0,021	0,03	0,014
C	0,01	0,015	0,07
L	—	—	0,017
e	0,002	0,002	0,002

La tige supérieure de raccord du ruban hélicoïdal n'est pas fixée en haut de l'axe pour permettre l'immersion d'un capteur (thermistor par exemple) dans la partie supérieure de la cuve.

Le couple est mesuré par un couplemètre à jauges de contraintes sans contact de la société Himmelstein (modèle MCRT 24-02T) conçu pour fonctionner dans une gamme comprise entre 0 et 2,8 N.m (0-25 lb.in). Le moteur quant à lui ne peut délivrer un couple supérieur à environ 1,7 N.m.



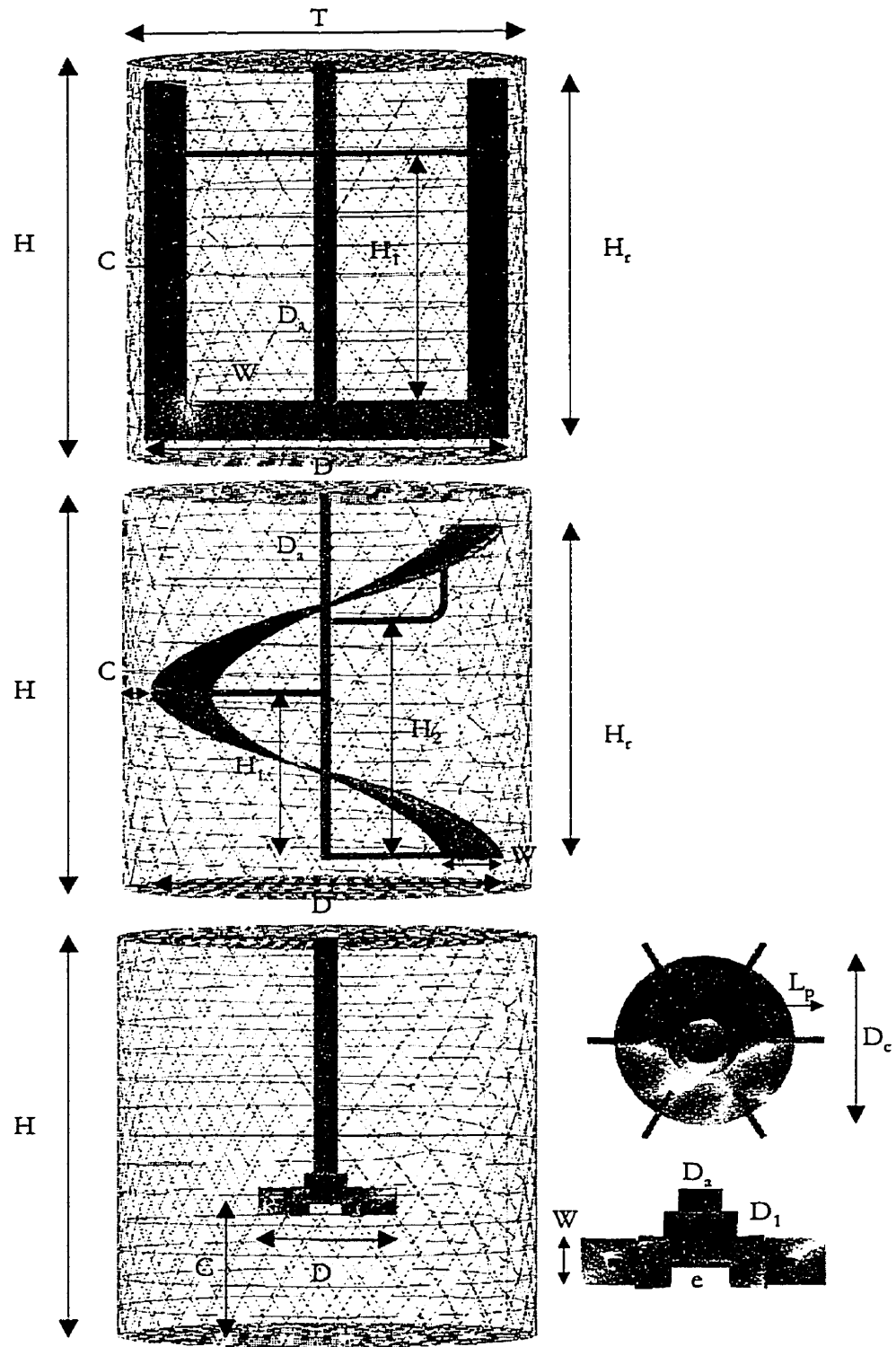


Figure 4.1 : Agitateurs

Cet appareil a été étalonné selon les données fournies par le constructeur. À zéro volt correspond un couple nul, et à un voltage de l'ordre de 10 V correspond la valeur maximale du couple spécifiée dans la documentation technique. Entre les deux, on suppose qu'il existe une relation linéaire couple - voltage.

Quant à la vitesse, elle a été mesurée par un encodeur (société Hengstler, modèle O521 O58). L'étalonnage a été réalisé à partir de mesures effectuées par un tachymètre optique (société Ametek, Mansfield & Green Division, modèle 1726) dans une gamme 0-250 rpm.

L'acquisition des mesures est effectuée grâce à un ordinateur configuré et programmé avec le logiciel Labview de National Instruments. Cet ordinateur peut également commander le moteur. Nous avons réalisé toute la programmation pour l'acquisition ainsi que des modules qui permettent de réaliser des montées de vitesse avec incréments de vitesse  $\Delta N$  et de temps  $\Delta t$  variables.

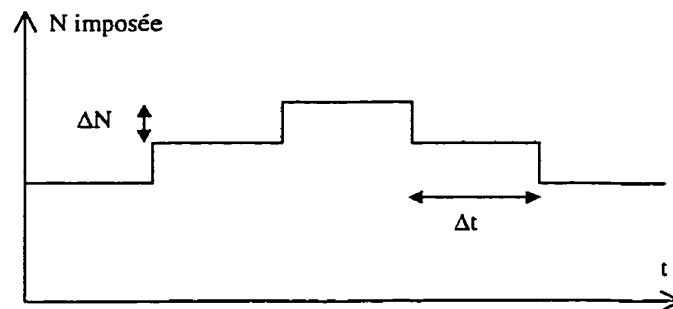


Figure 4.2 : Montée et descente en vitesse

Toutes les secondes, les valeurs du temps, de la vitesse et du couple sont enregistrées dans un fichier. Ces valeurs sont la moyenne d'un nombre variable de données (environ 500 données par seconde). À partir de ce fichier, les valeurs du couple sont traitées pour ne pas tenir compte des valeurs transitoires, entre chaque changement de vitesse, et obtenir une valeur moyenne.

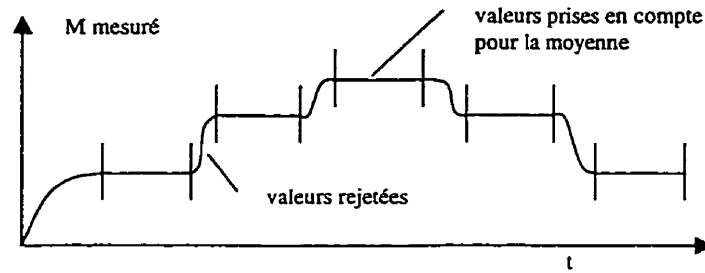


Figure 4.3 : Obtention des moyennes de couple et de vitesse

#### 4.I.2) Numérique :

Ces agitateurs et la cuve ont les mêmes dimensions que celles du Tableau 4.1 à quelques exceptions près.

En ce qui concerne l'ancre, l'épaisseur de la lame est plus importante dans les maillages (5 mm) qu'elle ne l'est en réalité (2 mm). Une trop petite épaisseur implique un trop grand nombre d'éléments. Mais dans les corrélations prédisant  $K_p$  ou  $k_s$  en fonction de la géométrie de l'ancre, ce paramètre n'est pas pris en compte [Bakker 1995].

L'axe, alors qu'il a une section circulaire parfaite, a une section hexagonale dans le maillage. Autre différence, la jonction entre la barre supérieure et la lame est simplifiée, toujours dans le même but.

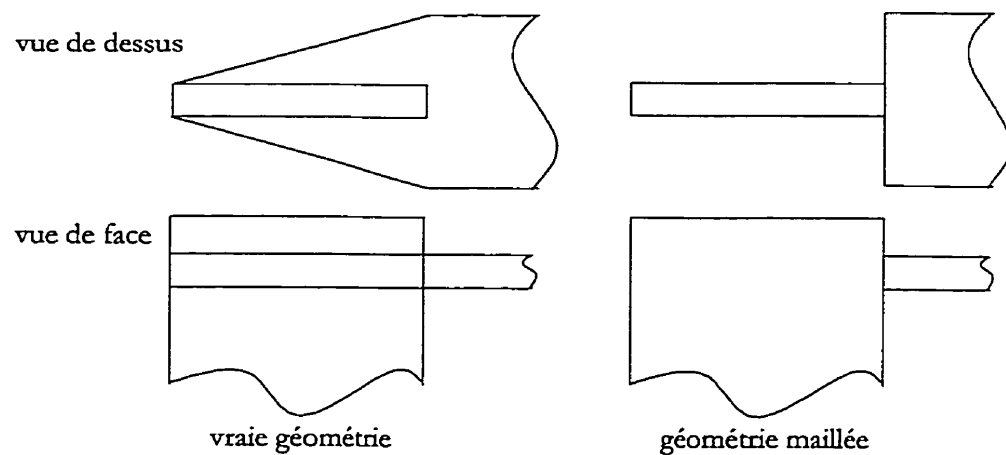


Figure 4.4 : Différences entre l'ancre maillée et l'ancre réelle

Concernant le ruban hélicoïdal, là aussi l'épaisseur de la lame est grossie pour la simulation, 8 mm pour 2 mm en réalité. L'axe a aussi une section hexagonale. D'autre part, le pas du ruban, s'il est parfait dans le maillage, est assez irrégulier sur le vrai ruban.

Nous présentons dans le Tableau 4.2 les nombres et types d'éléments des différents maillages utilisés.

*Tableau 4.2 : Caractéristiques du maillage des agitateurs*

	type d'élément	nombre d'éléments	nombre de nœuds
<i>ancre</i>			
maillage 1	$P_1^+-P_o$	10 482	23 848
maillage 2	$P_1^+-P_o$	16 121	73 099
maillage 3	$P_2^+-P_1$	16 121	36 549
maillage 4	$P_1^+-P_o$	21 718	48 659
maillage 5	$P_2^+-P_1$	21 718	97 319
<i>ruban</i>			
maillage 1	$P_1^+-P_o$	19 309	44 034
maillage 2	$P_1^+-P_o$	22 546	51 035
<i>turbine</i>			
maillage 1	$P_1^+-P_o$	12 463	28 436
maillage 2	$P_1^+-P_o$	28 638	64 374
maillage 3	$P_1^+-P_o$	30 986	69 145

Entre les maillages 1 et 3 de l'ancre, la différence du nombre d'éléments est due à leur taille dans l'ensemble de la cuve. Par contre, le maillage 4 comprend trois couches de petits éléments sur le bord de la cuve c'est-à-dire dans l'entrefer.

Pour le ruban, la différence est la même ; le maillage 2 a été conçu de manière à avoir au moins trois éléments dans l'entrefer. Partout ailleurs les éléments sont un peu plus gros.

Il faut noter que la génération d'un maillage n'est pas une opération triviale à réaliser. Cela nécessite une certaine expérience dans la façon de faire varier les paramètres (taille de maille et partitions des domaines, par exemple).

## 4.II. CONSOMMATION DE PUISSANCE

### 4.II.1) Validation du couplemètre :

Dans la mesure où les données d'étalonnage du couplemètre ne proviennent que du fabricant, nous avons vérifié l'étalonnage de cet appareil. Pour ce faire, un système de deux cylindres concentriques a été conçu, similaire à un rhéomètre Couette mais à l'échelle de la cuve d'agitation. On va comparer dans ce paragraphe, d'une part les résultats expérimentaux aux résultats analytiques, et d'autre part les résultats numériques à ces résultats analytiques.

#### 4.II.1.1) Géométrie :

La Figure 4.5 représente le maillage utilisé ; la géométrie maillée est identique à la vraie géométrie et les différentes mesures sont répertoriées dans le Tableau 4.3.

*Tableau 4.3 : Géométrie du système Couette*

	H	H <sub>c</sub>	D	D <sub>c</sub>
longueur (m)	0,305	0,205	0,203	0,150

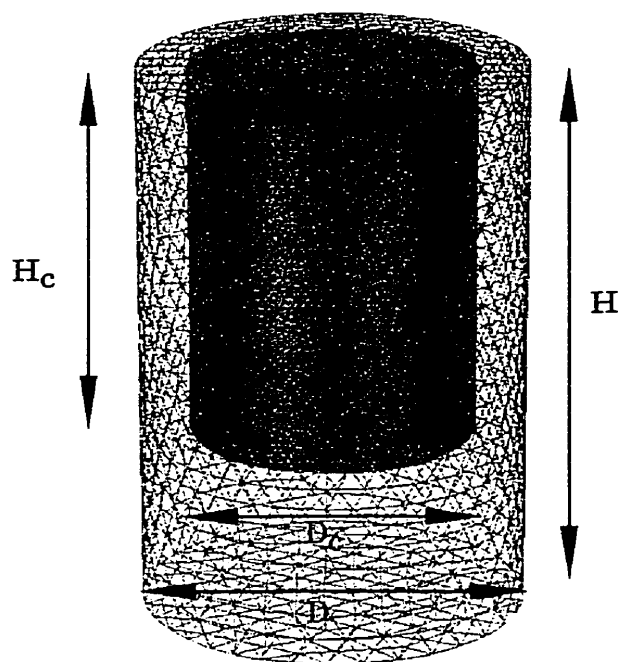


Figure 4.5 : Géométrie du système Couette

En ce qui concerne les maillages, nous donnons dans le Tableau 4.4 le nombre et le type des éléments ; les maillages 3 et 4 comprennent quatre couches d'éléments dans l'entrefer alors que les maillages 1 et 2 n'en contiennent que 2. Nous avons testé deux types d'éléments, les  $P_1^+-P_0$  (maillages 1 et 3) et  $P_2^+-P_1$  (maillages 2 et 4).

Tableau 4.4 : Caractéristiques du maillage du système Couette

	type d'élément	nombre d'éléments	nombre de nœuds
maillage 1	$P_1^+-P_0$	8 321	19 920
maillage 2	$P_2^+-P_1$	8 321	39 839
maillage 3	$P_1^+-P_0$	24 535	56 583
maillage 4	$P_2^+-P_1$	24 535	56 583

#### 4.II.1.2) Développement analytique :

Le couple consommé par le cylindre tournant, sans tenir compte du fond est facilement accessible à partir des équations de mouvement. Le fluide est newtonien et les conditions limites sont : vitesse nulle pour le cylindre extérieur et vitesse  $N$  pour le cylindre interne. On obtient alors :

$$M = \frac{2 \pi^2 \mu D_c^2 H_c N}{1 - \left( \frac{D}{D_c} \right)^2} \quad (4.1)$$

Le couple consommé par la partie inférieure peut être estimé grossièrement si on considère qu'il s'agit du problème de deux plaques parallèles. On néglige ainsi la partie de la cuve sous le cylindre tournant et pour laquelle  $D_c/2 < r < D/2$ . À vitesse de rotation assez petite, l'inertie peut être négligée et le profil de vitesse (en coordonnées cylindriques, l'axe  $Oz$  correspondant à l'axe des cylindres) est donné par :

$$v_\theta = 2\pi N r \left( 1 - \frac{z}{H - H_c} \right) \quad (4.2)$$

Pour obtenir le couple, on intègre selon :

$$M = 2\pi \int_0^{D_c/2} -\sigma_{z\theta}(r) r^2 dr \quad (4.3)$$

$$M = \pi^2 \mu N \frac{D_c^4}{16 (H - H_c)} \quad (4.4)$$

#### 4.II.1.3) Résultats :

##### ♦ Comparaison avec les résultats expérimentaux :

La procédure pour obtenir le couple se divise en deux parties. D'une part, on mesure  $M_1$ , le cylindre mobile étant dans la position immergée. Ensuite, on mesure le couple  $M_2$

consommé par la partie inférieure en montant le cylindre mobile jusqu'à la limite du fluide (voir Figure 4.6). Cette deuxième mesure inclut aussi le couple à vide induit par les différents frottements. Le couple expérimental que l'on compare au couple analytique (sans le fond) est donc la soustraction de  $M_2$  à  $M_1$ .

Une série de mesures a été effectuée avec un mélange de sirop de maïs et d'eau ( $\rho = 1304$  kg/m<sup>3</sup> et  $\mu = 0,77$  Pa.s d'après le rhéomètre Bohlin VOR).

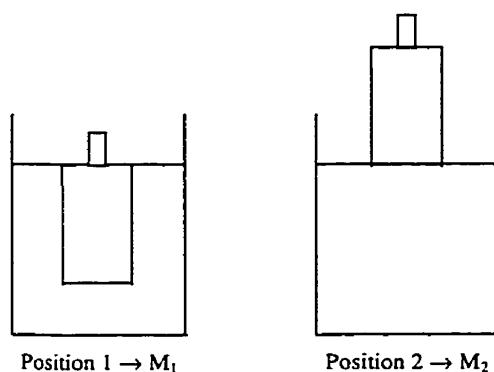


Figure 4.6 : Procédure de mesure du couple

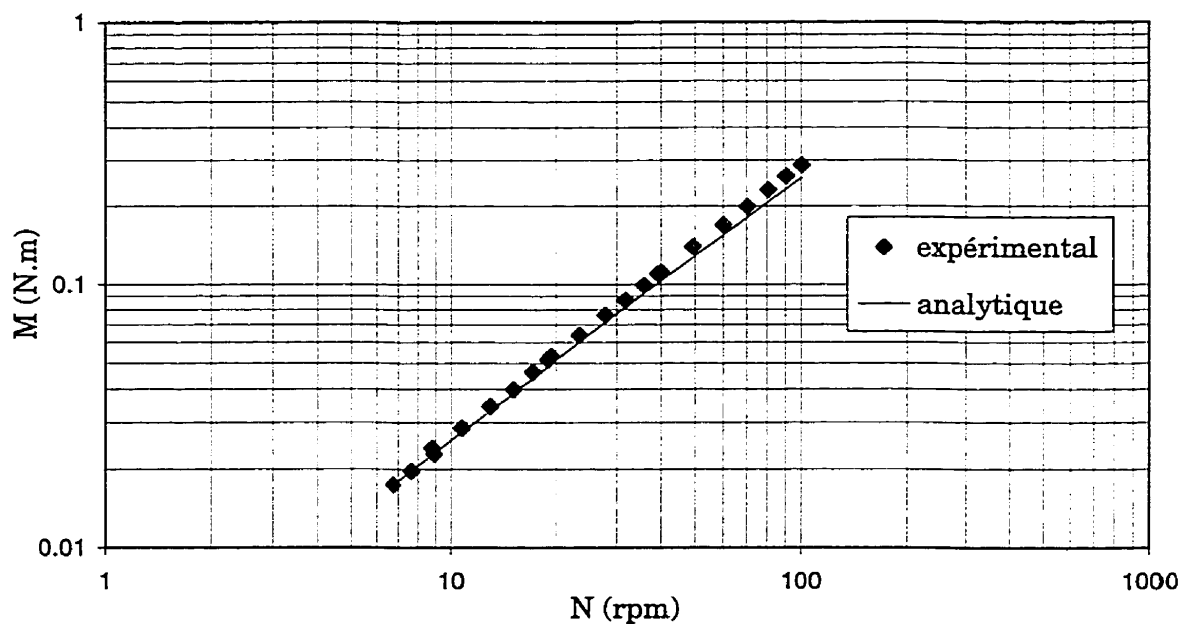


Figure 4.7 : Couples analytique et expérimental pour le système Couette



La Figure 4.7 montre bien l'accord entre le couple expérimental et le couple analytique. La différence est de l'ordre de 3% pour  $6 < N < 17$  rpm, c'est-à-dire pour  $4 < Re < 10$  et de l'ordre de 9% pour  $17 < N < 100$  rpm soit  $10 < Re < 60$ .

♦ Comparaison avec les résultats numériques :

Nous avons choisi une vitesse correspondant à une valeur expérimentale, soit  $N = 10,7$  rpm. Les résultats du couple (en N.m) sont résumés dans le Tableau 4.5.

*Tableau 4.5 : Résultats numériques pour le système Couette*

	M numérique	M analytique (cylindre)	M analytique (cylindre+fond)	différence (%)	M expérimental	différence (%)
maillage 1	0,0340	0,0275	0,0279	22	0,0286	19
maillage 2	0,0334	0,0275	0,0279	20	0,0286	17
maillage 3	0,0305	0,0275	0,0279	9	0,0286	7
maillage 4	0,0303	0,0275	0,0279	9	0,0286	6

Il apparaît donc qu'avec les maillages 1 et 2, les résultats numériques sont de l'ordre de 20% supérieurs à ceux escomptés. Il y a un gain de précision en passant des éléments  $P_1^+-P_0$  (maillage 1) aux éléments  $P_2^+-P_1$  (maillage 2). Mais le gain est plus important en raffinant le maillage puisque les maillages 3 et 4 sont beaucoup plus précis que les maillages 1 et 2. Le couple numérique n'est plus que 9% supérieur au couple analytique. Là encore, le maillage contenant des éléments  $P_2^+-P_1$  est plus précis que celui contenant des éléments  $P_1^+-P_0$ . Ces éléments-là étant plus riches (15 nœuds en vitesse plutôt que 8), le résultat est logique. Mais le temps de calcul avec ce type d'élément est beaucoup trop important : de quelques heures avec les éléments  $P_1^+-P_0$  on passe à quelques jours avec les éléments  $P_2^+-P_1$ .

Il apparaît donc préférable de simuler en utilisant un maillage raffiné d'éléments  $P_1^+-P_0$ .

#### 4.II.2) Fluides newtoniens :

##### 4.II.2.1) Rhéologie :

Les expériences ont été réalisées avec du sirop de maïs fabriqué par la société Aliments Plasse. Pur ou mélangé avec de l'eau, le sirop de maïs possède un comportement newtonien (voir Figure 4.8).

Son principal inconvénient est la très grande sensibilité de sa viscosité à la température. Le contrôle de température des rhéomètres n'étant pas toujours fiable, cela peut occasionner certaines incertitudes.

Les données rhéologiques proviennent de mesures obtenues avec le Bohlin VOR (vitesse de cisaillement imposée et géométrie Couette), ou le Bohlin CVO (contrainte imposée et plaques parallèles) du CRASP.

Les viscosités et masses volumiques des trois différents fluides dans les conditions opératoires ( $T^\circ=23$  ou  $24^\circ\text{C}$ ) sont présentées dans le Tableau 4.6.

*Tableau 4.6 : Données physiques des mélanges sirop de maïs / eau*

Concentration volumique en eau (%)	viscosité (Pa.s)	masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )
0	14,5	1407
5	4,90	1387
12	2,58	1364

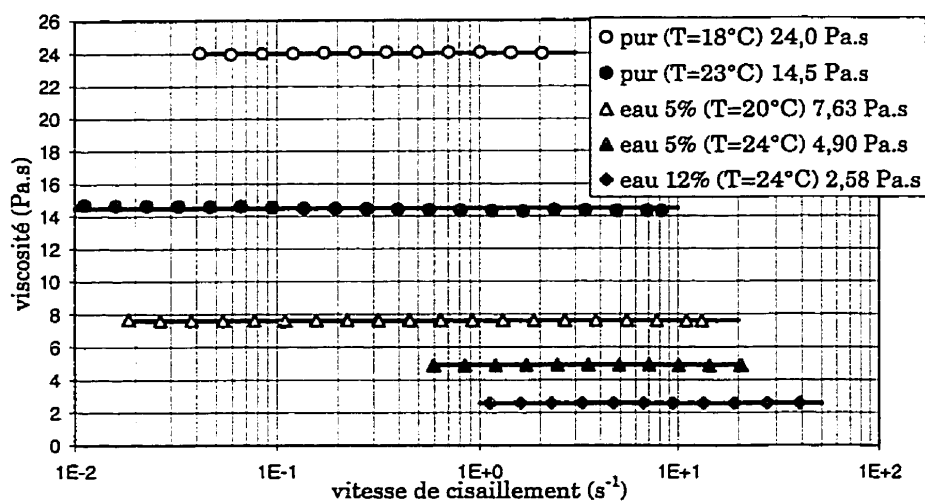


Figure 4.8 : Viscosités des mélanges sirop de maïs / eau

#### 4.II.2.2) Résultats :

La Figure 4.9 représente les courbes de nombre de puissance en fonction du nombre de Reynolds pour les trois agitateurs. Les valeurs expérimentales sont indiquées par les points et les résultats numériques par les pointillés.

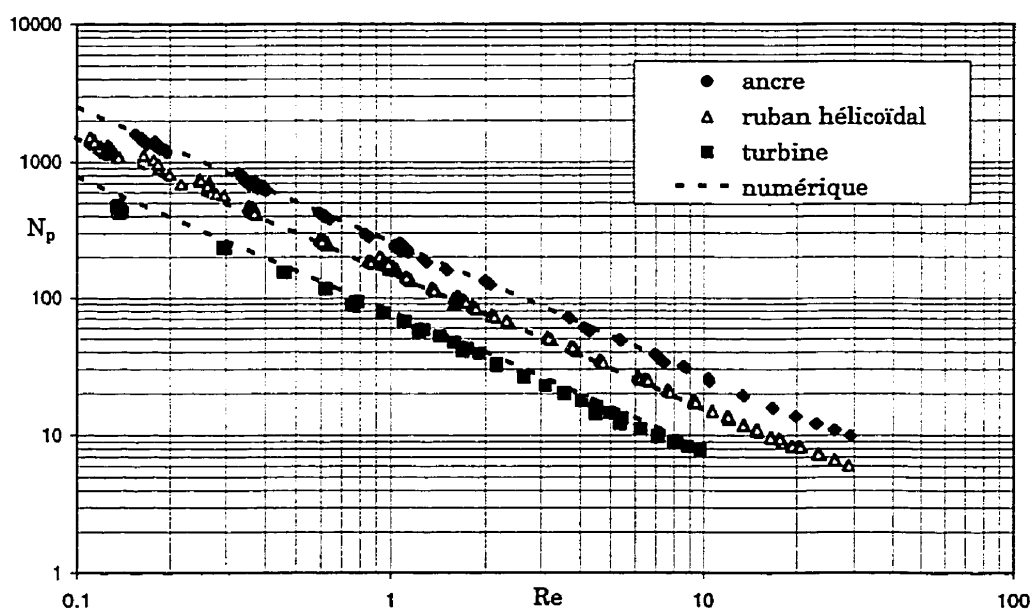


Figure 4.9 : Courbes de puissance pour les fluides newtoniens

Ces résultats sont tout à fait satisfaisants. On peut voir un peu plus précisément les différences entre les résultats expérimentaux et numériques dans le Tableau 4.7. Le  $K_p$  expérimental a été calculé de deux manières : par régression comme l'ordonnée à l'origine de la courbe ( $\ln N_p$ ) vs. ( $\ln Re$ ) et comme la valeur moyenne des produits  $N_p \cdot Re$ .

Tableau 4.7 : Résultats numériques et expérimentaux (fluides newtoniens)

	$K_p$ expérimental (régression)	$K_p$ expérimental (moyennes)	$K_p$ Numérique	Différence numérique/exp. (régression)
<i>ancree</i>				
maillage 1			271	9%
maillage 2			272	9%
maillage 3	249		256	3%
maillage 4	(pente=-0,98)	251	268	8%
<i>ruban</i>				
maillage 1	159		155	3%
maillage 2	(pente=-1,00)	160	151	5%
<i>turbine</i>				
maillage 1			87,5	24%
maillage 2	70,7		84,0	19%
maillage 3	(pente=-0,99)	71,3	79,5	12%

En ce qui concerne l'ancree, plus le maillage est précis en nombre de nœuds, et plus les valeurs numériques et expérimentales sont proches. Étant donné la tendance entre les maillages 2 et 3, où la seule différence est le type d'éléments, on peut penser que la valeur prédite avec le maillage 5 (différent du 4 par le type d'élément également) serait encore plus proche de la valeur expérimentale.

On peut noter que dans tous les cas, la simulation a tendance à surestimer la consommation de puissance. Ces remarques sont identiques avec la turbine.

Par contre, pour le ruban, la valeur expérimentale est supérieure aux  $K_p$  numériques, même dans le cas du maillage le moins raffiné. Cette différence est peut-être due aux irrégularités dans le pas du ruban. Elle peut être également causée par la différence d'épaisseur de la lame.

Comme pour le système Couette, on peut voir que les éléments  $P_2^+-P_1$  (maillage 3 de l'ancre) sont plus précis. Mais étant donné la différence notable dans le temps de calcul, les éléments  $P_1^+-P_0$  peuvent être considérés comme suffisants. La conclusion est donc semblable à celle obtenue pour les expériences avec le système Couette.

Comparons maintenant les  $K_p$  expérimentaux et numériques aux  $K_p$  obtenus par les corrélations publiées<sup>3</sup>. Dans le cas de l'ancre [Bakker 1995] (sans barre horizontale) :

$$K_p = 400 \left( \frac{H_r}{D} \right) \left( \frac{W/D}{0,1} \right)^{0,16} \left( \frac{D/49}{T-D} \right)^{1/2} \quad (4.5)$$

et dans celui du ruban [Bakker 1995] :

$$K_p = 350 \left( \frac{D}{P_i} \right)^{1/2} \left( \frac{H_r}{D} \right) \left( \frac{W/D}{0,1} \right)^{0,16} \left( \frac{D/24}{T-D} \right)^{1/2} \left( \frac{n_f}{2} \right) \quad (4.6)$$

Cette corrélation ne prend pas en compte la présence de tiges de raccord. On peut donc d'ailleurs s'interroger sur leur influence. Nous avons effectué deux simulations avec les deux maillages des rubans sans ces tiges de raccord. Cette modification est très simple à réaliser puisque les conditions limites sur les tiges sont imposées virtuellement alors qu'elles ne le sont pas pour le reste du ruban. Les deux parties ne sont donc pas solidaires. Le Tableau 4.8 montre les différences entre le ruban sans tige et avec les tiges.

---

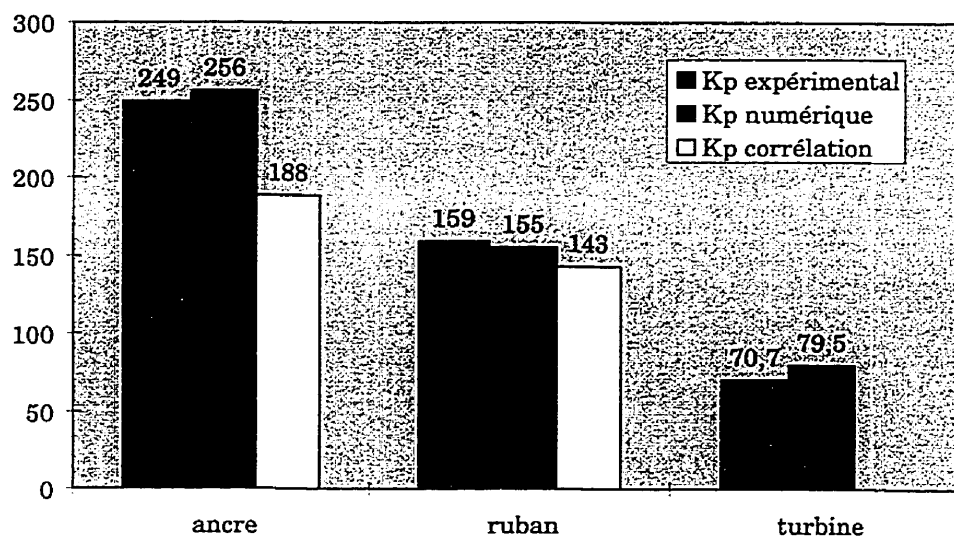
<sup>3</sup> 14 corrélations différentes permettant de prédire  $K_p$  pour un ruban sont présentées dans [Delaplace 1997]

Tableau 4.8 :  $K_p$  du ruban avec ou sans tiges

	$K_p$ avec tiges	$K_p$ sans tige	différence
maillage 1	155	147	5%
maillage 2	151	141	7%

Les différences peuvent être dues, d'une part à la géométrie, mais également au changement de méthode numérique. La simulation numérique avec tiges est effectuée avec la méthode des éléments finis virtuels, alors que celle sans tige l'est avec la méthode habituelle. Quoi qu'il en soit, on peut dire que la différence est de l'ordre de 5%. La différence entre le résultat de la corrélation et le résultat expérimental ne peut donc pas être expliqué par ce fait.

Les valeurs prédites par ces corrélations sont présentées sur la Figure 4.10.

Figure 4.10 : Comparaison des  $K_p$  obtenus expérimentalement, numériquement et par les corrélations

On peut donc clairement constater la précision des résultats numériques par rapport aux prédictions approximatives des corrélations pour des agitateurs pourtant classiques.

#### 4.II.3) Fluides de type loi de puissance :

##### 4.II.3.1) Rhéologie :

Deux fluides avec ce comportement ont été employés. Ce sont des solutions de Xanthane (Keltrol-T de la société Kelco) à 0,5% et 2% massique dans de l'eau avec du  $\text{NaN}_3$ . Le Xanthane se présente sous forme de poudre qu'il faut mélanger à l'eau. L'incorporation se fait au moyen de tiges affleurantes tournant à environ 250 rpm. L'ensemble est ensuite homogénéisé avec un ruban hélicoïdal.

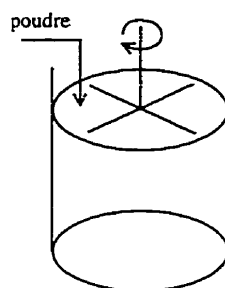


Figure 4.11 : Incorporation de la poudre

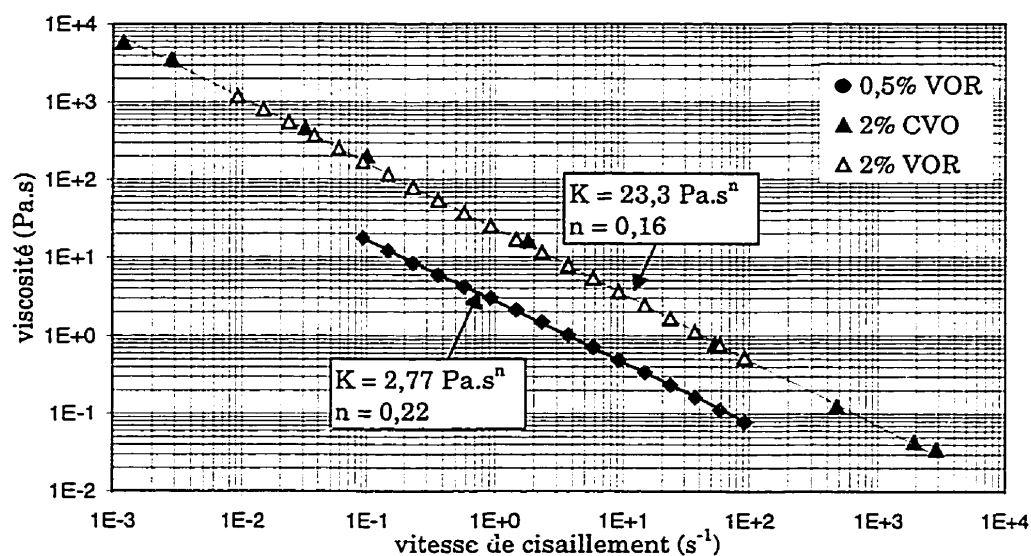


Figure 4.12 : Viscosités des solutions de Xanthane

Les comportements rhéologiques sont pour la solution à respectivement 0,5% et 0,2% :

$$\eta = 2,77 \dot{\gamma}^{0,22-1} \quad (4.7)$$

$$\eta = 23,3 \dot{\gamma}^{0,16-1} \quad (4.8)$$

Si on compare ces données aux résultats d'Elson et al. [Elson 1986], on peut noter dans notre cas l'absence de seuil. Dans leur article, pour une concentration massique de 1,5%, le seuil (au sens du modèle de Casson) vaut 5,8 Pa, et dans le cas d'une solution à 3%, le seuil atteint 20 Pa. Mais comme dans notre cas, c'est le modèle loi de puissance et non le modèle de Casson qui est le plus proche des données rhéologiques sur l'ensemble de la gamme de vitesses de cisaillement. Ils utilisent tout de même ces valeurs du seuil d'écoulement car d'un point de vue macroscopique (présence de caverne), ce seuil existe.

#### 4.II.3.2) Résultats :

Nous présentons dans un premier temps l'évolution du  $k_s$  en fonction de l'indice de rhéofluidifiante  $n$  (Figure 4.13) ou du nombre de Reynolds (Figure 4.14), du point de vue numérique et expérimental. Les valeurs de  $k_s$  sont calculées à partir de la relation suivante :

$$P = K k_s^{n-1} K_p N^{n+1} D^3 \quad (2.37)$$

Pour cette dernière relation, le  $K_p$  utilisé est le  $K_p$  expérimental ou le  $K_p$  numérique selon qu'on traite les données expérimentales ou numériques.

Pour l'ancre (symboles grisés),  $k_s$  varie entre environ 20 et 25. Aucune tendance particulière n'apparaît. Les deux points expérimentaux (carrés grisés) sont dans cette zone.



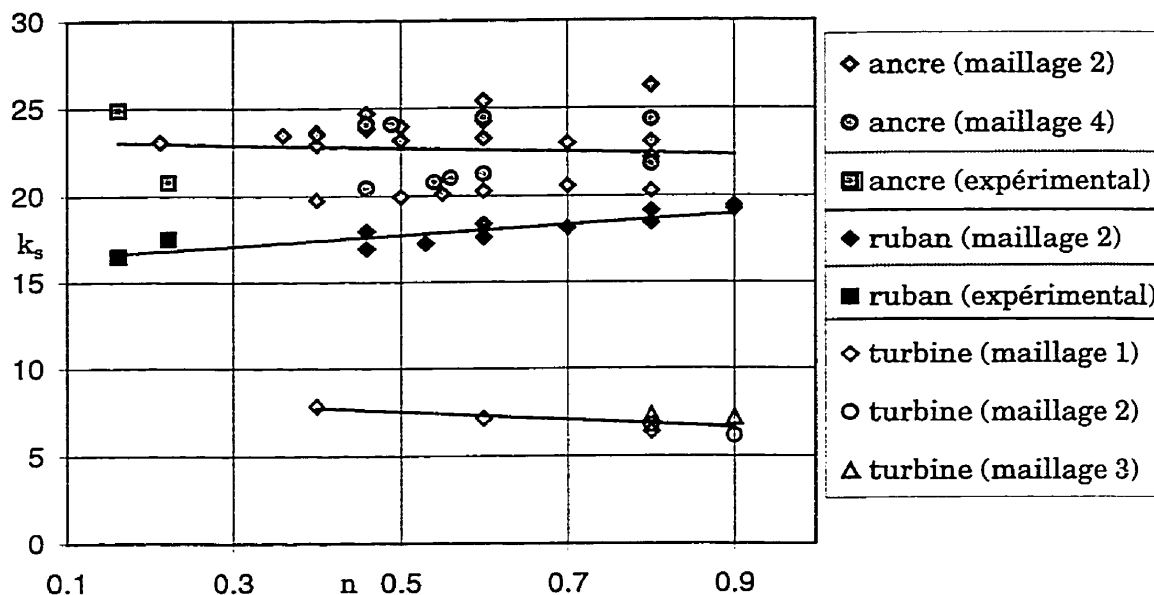


Figure 4.13 : Évolution du  $k_s$  en fonction de  $n$

Une analyse statistique après régression linéaire est présentée dans le Tableau 4.9. Les coefficients  $a$  et  $b$  de la loi linéaire  $k_s = a + b n$  sont obtenus par la méthode des moindres carrés :  $a = 23,2$  et  $b = -0,95$ . On teste ensuite l'hypothèse selon laquelle le coefficient  $b$  est nul. On rejette le test si  $F = MS_{\text{mod}}/MS_{\text{err}}$  est plus grand que l'inverse de la probabilité de distribution  $F$  à un niveau de probabilité de 0,01 (choisir un niveau de probabilité de 0,05 ne change pas les conclusions).

Tableau 4.9 : Tableau d'analyse de la variance,  $k_s$  de l'ancre, fluides loi de puissance

	Somme des carrés (SS)	Degrés de Liberté (DF)	Carrés moyens (MS)
Modèle	1,08	1	1,08
Erreur	117	33	3,56
	$F = 0,304$	$F_{(0,05;1;33)} = 7,47$	

Dans notre cas, l'hypothèse ne peut être rejetée. On peut donc dire que  $k_s$  est constant. La

valeur moyenne obtenue expérimentalement est  $k_s = 22,8$  et numériquement  $k_s = 22,5$ .

Sans faire une étude comparative complète, on peut toutefois signaler que les valeurs obtenues à partir de corrélations sont proches de ces valeurs expérimentales et numériques. Par exemple,  $k_s$  vaut 24,7 (pour  $n=0,16$ ) et 22,8 (pour  $n=0,22$ ) avec la corrélation de Šesták et al. (relation 2.40) [Šesták 1986], et 26,3 (pour  $n=0,16$ ) et 24,4 (pour  $n=0,22$ ) avec la corrélation de Beckner et Smith [Beckner 1966].

Pour le ruban hélicoïdal,  $k_s$  est compris entre 17 et 19, la valeur moyenne valant 17,9 (16,7 expérimentalement et 18,2 numériquement). Cette valeur est donc inférieure à celle obtenue avec l'ancre. Cette différence est logique : le  $k_s$  représente un certain cisaillement moyen. Avec des agitateurs de type raclant, le cisaillement est surtout important dans l'entrefer. Il est donc sensible à la dimension de cet entrefer. L'entrefer du ruban étant plus grand que celui de l'ancre, à même vitesse, le cisaillement moyen est moins important. On peut noter d'autre part une légère augmentation de  $k_s$  avec  $n$ . Les résultats de l'analyse statistique sont présentés dans le Tableau 4.10. Cette fois,  $a$  et  $b$  valent respectivement 16,3 et 3,14.

Tableau 4.10 : Tableau d'analyse de la variance,  $k_s$  du ruban, fluides loi de puissance

	Somme des carrés (SS)	Degrés de Liberté (DF)	Carrés moyens (MS)
Modèle	6,20	1	6,20
Erreur	2,02	9	0,22
	$F = 24,2$	$F_{(0,01;1;9)} = 10,6$	

D'après les valeurs de  $F$ , l'hypothèse selon laquelle  $b$  est nul ne peut pas être rejetée, l'augmentation du  $k_s$  n'est pas négligeable statistiquement. Nous reviendrons sur l'importance de cette variation dans le paragraphe consacré à la consommation de puissance avec des fluides à seuil.

Aucun point expérimental n'apparaît pour la turbine car le couple consommé avec les

solutions de Xanthane est trop faible par rapport à la sensibilité du couplemètre utilisé. Numériquement, le  $k_s$  apparaît constant pour  $0,4 < n < 0,9$ , la valeur moyenne valant 7,0. Il existe une légère tendance allant dans le sens opposé à celle du ruban puisque  $k_s$  semble diminuer avec  $n$  (les paramètres de la loi linéaire sont  $a = 8,6$  et  $b = -2,2$ ). Mais cette variation est négligeable du point de vue statistique, comme on peut le voir dans le Tableau 4.11.

Tableau 4.11 : Tableau d'analyse de la variance,  $k_s$  de la turbine, fluides loi de puissance

	Somme des carrés (SS)	Degrés de Liberté (DF)	Carrés moyens (MS)
Modèle	0,97	1	0,97
Erreur	1,06	5	0,21
	$F = 4,57$	$F_{(0,05;1;5)} = 16,3$	

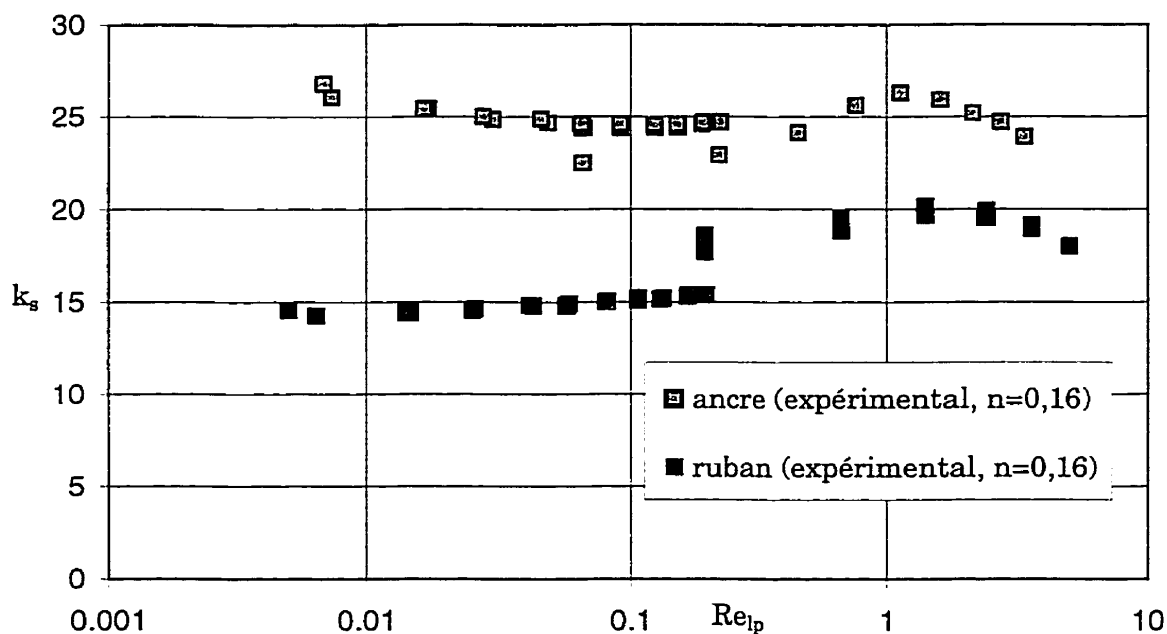


Figure 4.14 : Évolution du  $k_s$  expérimental en fonction du nombre de Reynolds ( $n=0,16$ )

Pour une même valeur de  $n$ , l'évolution de  $k_s$  expérimental en fonction du nombre de Reynolds est représentée sur la Figure 4.14. Cette représentation est similaire à celle d'une

représentation  $\dot{\gamma}_c = k_s N$  où l'on aurait à peu près une droite. Elle a pour objet, en étant similaire à la Figure 4.13, de montrer la variabilité des valeurs de  $k_s$  même lorsqu'on ne considère qu'une seule valeur de  $n$ .

On utilise ici  $Re_{lp}$  le nombre de Reynolds loi de puissance proposé par Rieger et Novak

$$[Rieger 1973] : \quad Re_{lp} = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K} \quad (2.43)$$

Rappelons que ce nombre de Reynolds est différent du nombre de Reynolds généralisé

$$\text{défini comme :} \quad Re_g = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{K k_s^{n-1}} \quad (2.35)$$

On a choisi le premier pour cette représentation car il n'est pas possible de montrer l'évolution du  $k_s$  en fonction de ce nombre de Reynolds : il dépend du  $k_s$ .

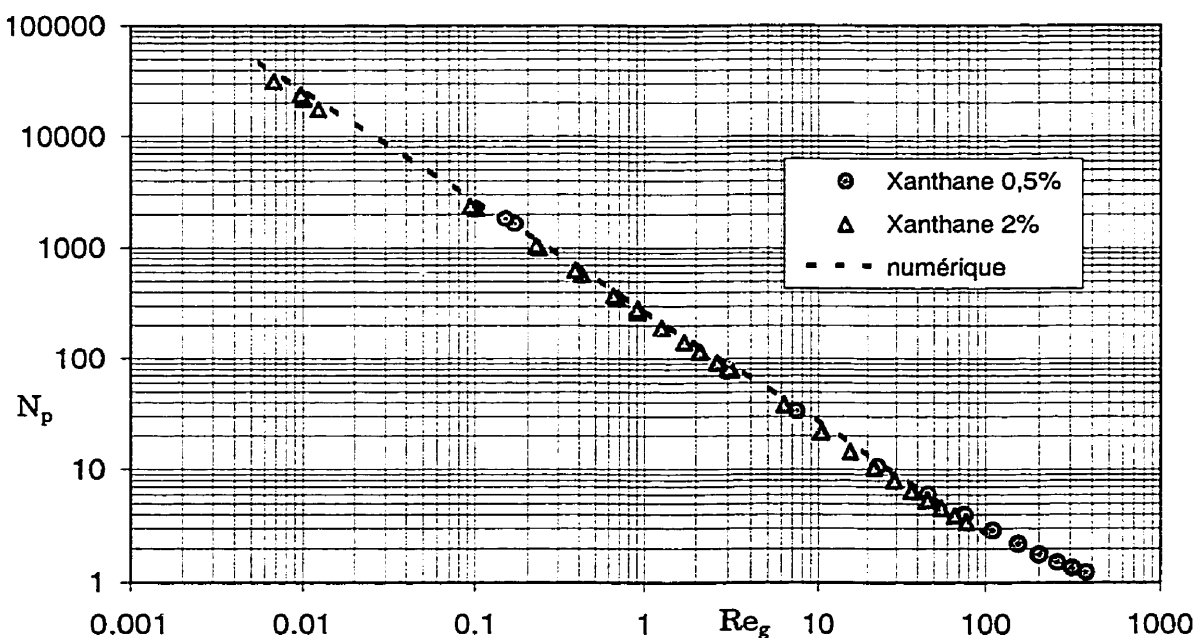


Figure 4.15 : Courbe de puissance pour l'ancre

Les résultats expérimentaux et numériques sont aussi présentés sous forme de courbe de puissance,  $N_p = f(Re_g)$ . Cette fois-ci, le nombre de Reynolds utilisé est le nombre de Reynolds

généralisé et pour le calculer on a choisi le  $k_s$  moyen. Cette formulation du nombre de Reynolds permet de regrouper les résultats sur une même courbe, indépendamment de la valeur de  $n$ . Pour définir la fin du régime laminaire, il existe aussi une différence à utiliser l'un ou l'autre des nombres de Reynolds. Avec  $Re_g$ , la limite apparaît comprise entre 10 et 100 pour l'ancre (Figure 4.15) et le ruban (Figure 4.16). On ne le montre pas ici, mais avec  $Re_{lp}$ , cette limite apparaît plutôt comprise entre 1 et 10.

On peut aussi voir, à la fois pour l'ancre et le ruban que les valeurs prédites à partir des simulations numériques (pointillés) sont très proches des valeurs expérimentales. La différence est toujours inférieure à 20%.

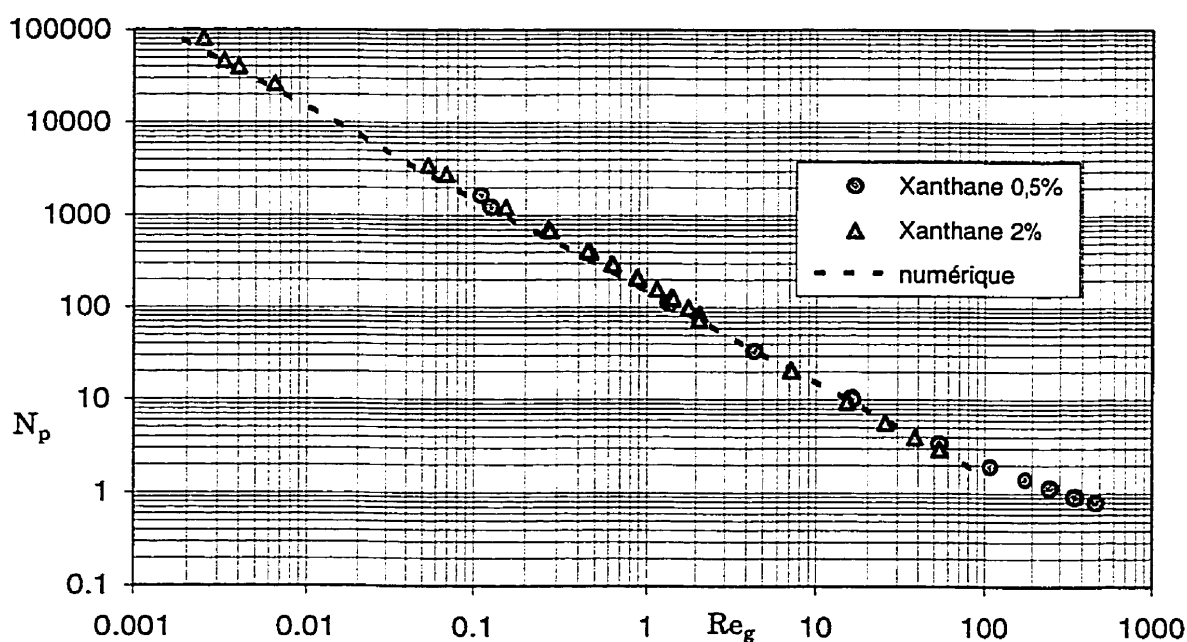


Figure 4.16 : Courbe de puissance pour le ruban

On peut donc dire que pour les fluides de type loi de puissance étudiés dans ce paragraphe, le concept du  $k_s$  est satisfaisant pour prédire la consommation de puissance et que ce  $k_s$  peut être considéré constant. La simulation permet d'accéder à des valeurs de puissance proches des valeurs expérimentales.

#### 4.II.4) Fluides à seuil :

##### 4.II.4.1) Rhéologie :

Les fluides à seuil sont des solutions de Carbopol 940 (société B.F. Goodrich Chemical) à 0,5% et 1,5% en concentration massique. La préparation est semblable à celle du Xanthane. Après incorporation de la poudre au moyen des tiges, on ajoute de la soude goutte à goutte en mélangeant avec un ruban hélicoïdal jusqu'à ce que le produit final forme un gel. Les propriétés rhéologiques de ces gels transparents sont reproduites sur les Figure 4.17 (solution à 0,5%) et Figure 4.18 (solution à 1,5%).

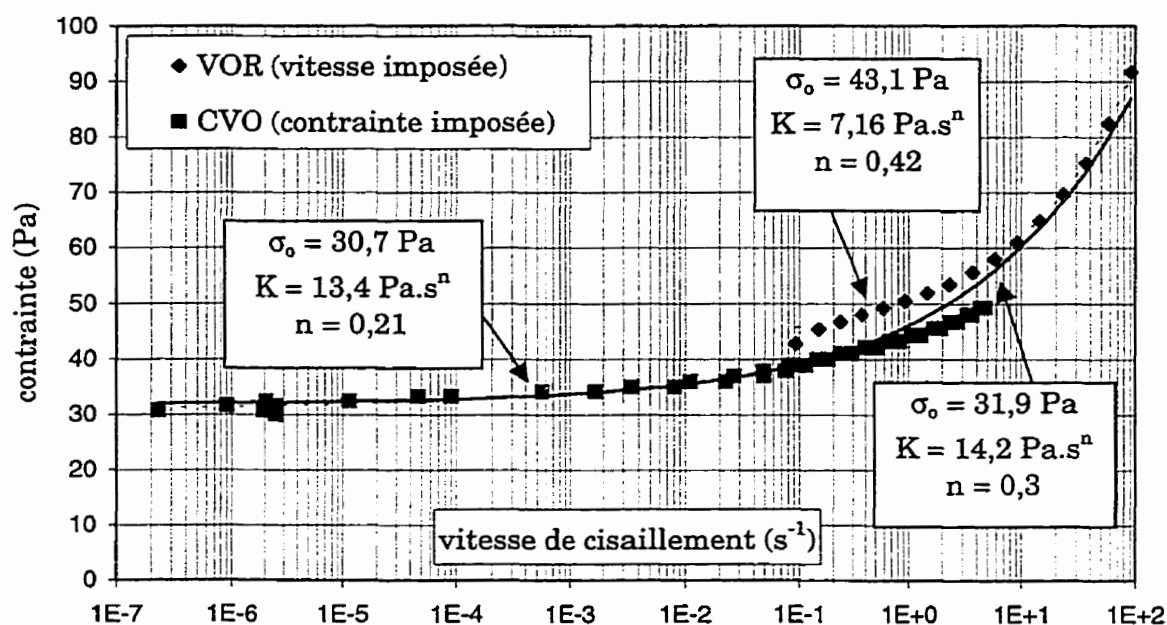


Figure 4.17 : Viscosité de la solution à 0,5% en Carbopol

♦ Dans le premier cas, les données proviennent d'un rhéomètre à vitesse imposée (VOR) et d'un rhéomètre à contrainte imposée (CVO). Les paramètres rhéologiques sont obtenus par la méthode des moindres carrés (utilisation du Solver d'Excel) :

$$\text{rhéomètre VOR :} \quad \sigma = 43,1 + 7,16 \dot{\gamma}^{0,42} \quad (4.9)$$

$$\text{rhéomètre CVO :} \quad \sigma = 30,7 + 13,4 \dot{\gamma}^{0,21} \quad (4.10)$$

$$\text{ensemble des données :} \quad \sigma = 31,9 + 14,2 \dot{\gamma}^{0,30} \quad (4.11)$$

Solomon et al. [Solomon 1981] et Hirata et al. [Hirata 1991] utilisent aussi des solutions de Carbopol 940, à 0,17% et 0,3% massique. Les valeurs des paramètres sont :

$$0,17\% (\text{pH} = 4,6) \quad \sigma = 4,90 + 11,2 \dot{\gamma}^{0,29} \text{ [Solomon 1981]} \quad (4.12)$$

$$0,17\% (\text{pH} = 4,6) \quad \sigma = 18,9 + 4,58 \dot{\gamma}^{0,46} \text{ [Hirata 1991]} \quad (4.13)$$

$$0,3\% (\text{pH} = 4,4) \quad \sigma = 19,1 + 31,9 \dot{\gamma}^{0,24} \text{ [Solomon 1981]} \quad (4.14)$$

Les comparaisons avec nos résultats sont assez délicates dans la mesure où la viscosité est assez dépendante du pH (que nous n'avons pas mesuré précisément), et dans la mesure où les concentrations sont différentes. Les valeurs sont tout de même dans le même ordre de grandeur. On peut noter également que pour une même solution, à un même pH, les paramètres peuvent être différents selon les auteurs.

♦ Passons maintenant au cas de la solution à 1,5%. Des mesures ont été faites sur le rhéomètre Couette à vitesse imposée, sans précaution particulière. Le modèle obtenu est :

$$\sigma = 41 + 13,3 \dot{\gamma}^{0,46} \quad (4.15)$$

D'autres mesures ont été effectuées par l'équipe du Centre de Génie Chimique des Milieux Complexes de Nancy en France. Le modèle obtenu est cette fois :

$$\sigma = 100 + 80 \dot{\gamma}^{0,27} \quad (4.16)$$

Ces valeurs sont le résultat de l'utilisation de plusieurs rhéomètres Rheometrics : un rhéomètre RFS II à géométrie cône/plan, avec différents entrefers et différentes surfaces (plastique et acier rugueux) et un rhéomètre DSR-200.

Avec ces essais, un phénomène de glissement a aussi été mis en évidence. Ce glissement

rend les mesures assez délicates. Ce problème a déjà été signalé par Magnin et Piau [Magnin 1990] pour des solutions de Carbopol également.

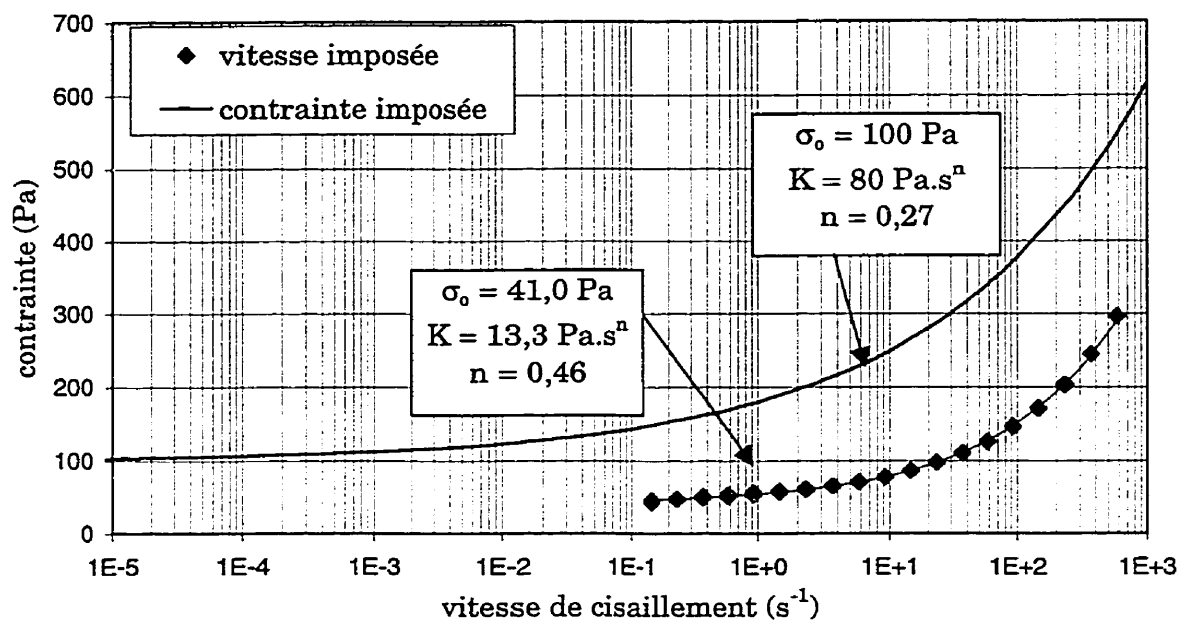


Figure 4.18 : Viscosité de la solution à 1,5% en Carbopol

D'une part, il peut y avoir glissement à la paroi, et d'autre part, cassure du fluide comme on peut le voir sur la Figure 4.19.

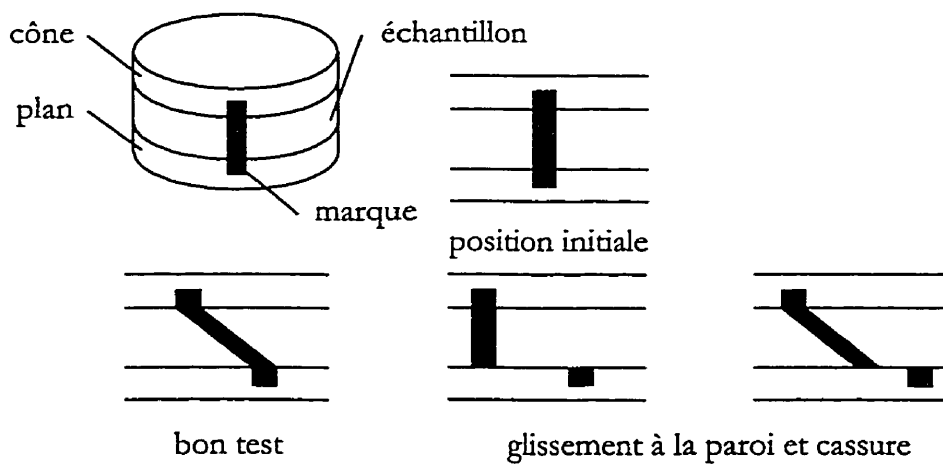


Figure 4.19 : Glissement à la paroi et cassure (d'après [Magnin 1990])



#### 4.II.4.2) Résultats :

Un grand nombre de tests a été réalisé afin d'évaluer  $k_s$  pour différents paramètres rhéologiques et différentes conditions opératoires. A priori, pour chaque agitateur,  $k_s$  peut être fonction de  $N$ ,  $m$ ,  $n$ ,  $\sigma_o$ . Pour l'ancre et le ruban, tous ces paramètres ont été modifiés (mais sans toutefois suivre un plan expérimental rigoureux), numériquement et expérimentalement (ancre, expérimental, 2 fluides, 14 valeurs ; ancre, numérique, 131 valeurs,  $2 < \sigma_o < 3500$  ; ruban, expérimental, 2 fluides, 26 valeurs ; ruban, numérique, 21 valeurs,  $30,7 < \sigma_o < 410$ ). Pour la turbine, seuls des résultats numériques fonction de  $n$  ont été obtenus (30 valeurs,  $0,1 < \sigma_o < 2$ ). Comme dans le cas du Xanthane, le couple mesuré est trop faible comparativement au couple à vide pour que les résultats expérimentaux soient valables.

Les résultats expérimentaux ont été calculés en choisissant les modèles rhéologiques provenant des rhéomètres à contrainte imposée. Ceux provenant des rhéomètres à vitesse imposée donnent en effet des résultats aberrants, principalement à cause du seuil. Ce seuil est obtenu de façon beaucoup plus précise avec des rhéomètres à contrainte imposée.

Toutefois, peu importe le type de modèle choisi, les résultats dans le cas de la solution de Carbopol à 1,5% ne sont pas bons. Les valeurs de  $k_s$  calculées à partir des résultats expérimentaux sont beaucoup plus faibles qu'avec la solution à 0,5%. En d'autres termes, la puissance prédite à partir des paramètres rhéologiques est beaucoup plus importante que la puissance consommée puisqu'on prédit une valeur presque double de la valeur mesurée. Nous ne traiterons donc pas ces résultats dans ce paragraphe. Une explication à ce problème sera donnée dans le dernier paragraphe de ce chapitre.

Les résultats de l'analyse statistique après régression linéaire sont résumés dans les Tableaux 4.12 à 4.14. A partir de la dernière colonne des tableaux "analyse de la régression", on peut évaluer l'importance des variables que sont  $N$ ,  $m$ ,  $n$  et  $\sigma_0$ . On teste pour cela l'hypothèse selon laquelle le coefficient  $a_i$  est nul [Khuri 1987]. Si l'hypothèse est vérifiée, la variable n'est pas influente. Le rapport  $t$  (rapport de la valeur  $a_i$  et de l'erreur type  $b_i$ ) doit être inférieur à la valeur de référence,  $t$ , choisie ici à un niveau de 0,01.

Tableau 4.12 : Analyse de la régression, ancre, fluides à seuil

Modèle : $k_s = a_0 + a_1 N + a_2 m + a_3 n + a_4 \sigma_0$					
	valeur	$b_i$	$t$	$t_{0,01}$	hyp : $a_i = 0$
$a_0$	24,1				
$a_1$	-0.213	0,138	1,54	2,61	vraie
$a_2$	0,00354	0,00178	1,99	2,61	vraie
$a_3$	-2,50	0,298	8,40	2,61	fausse
$a_4$	$4,60 \cdot 10^{-4}$	$1,25 \cdot 10^{-4}$	3,68	2,61	fausse

Concernant l'ancre (Tableau 4.12), il apparaît que  $k_s$  augmente avec  $\sigma_0$  et diminue avec  $n$ . Il ressort également de l'analyse statistique que  $k_s$  n'est pas sensible à la vitesse de rotation  $N$  et  $m$ . La valeur moyenne numérique vaut 22,8 alors que la valeur moyenne expérimentale est de 22,5 (obtenue seulement avec la solution de Carbopol à 0,5%). Rappelons qu'avec les fluides de type loi de puissance le  $k_s$  moyen vaut 22,5 numériquement et 22,8 expérimentalement. Il n'y a donc pas de modification avec le passage du fluide de type loi de puissance au fluide d'Herschel-Bulkley.

Tableau 4.13 : Analyse de la régression, ruban, fluides à seuil

Modèle : $k_s = a_0 + a_1 N + a_3 n + a_4 \sigma_0$					
	valeur	$b_i$	t	$t_{0,01}$	hyp : $a_i = 0$
$a_0$	18				
$a_1$	-1,10	0,266	4,14	2,76	fausse
$a_3$	-1,42	0,473	3,00	2,76	fausse
$a_4$	0,00314	0,00116	2,71	2,76	vraie

En ce qui concerne le ruban hélicoïdal (Tableau 4.13), le seuil ne semble pas affecter le  $k_s$ . Par contre, ce dernier diminue avec N et n. La valeur moyenne expérimentale est 16,2 alors que la valeur moyenne numérique vaut 16,0. Les résultats varient entre 15 et 20, comme dans le cas des fluides de type de loi de puissance. Avec cette rhéologie, la moyenne des  $k_s$  calculés et mesurés est 17,9. Là encore, le changement de fluide est presque sans conséquence sur la valeur du  $k_s$ .

Tableau 4.14 : Analyse de la régression, turbine, fluides à seuil

	Somme des carrés (SS)	Degrés de Liberté (DF)	Carrés moyens (MS)
Modèle	6,32	1	6,3
Erreur	1,00	28	0,036
	$F = 176$	$F_{(0,01;1;28)} = 7,64$	

Le  $k_s$  de la turbine semble lui aussi augmenter avec  $\sigma_0$  (Tableau 4.14 où le modèle testé est  $k_s = a + b \sigma_0$ , avec  $a = 6,56$  et  $b = 0,928$ ) : la valeur moyenne est 7,2 alors qu'elle était de 7,0 pour les fluides de type loi de puissance.

A nouveau, nous confrontons les résultats numériques aux résultats expérimentaux dans le cas de l'ancre (Figure 4.20) et du ruban hélicoïdal (Figure 4.21) en terme de consommation de

puissance, les valeurs numériques étant calculées à partir de la valeur numérique moyenne du  $k_s$ . Encore une fois la correspondance est très bonne, dès lors qu'on reste dans le régime laminaire. En ce qui concerne la solution de Carbopol à 1,5 %, les résultats sont mauvais puisque les valeurs prédites sont trop élevées que ce soit avec l'ancre ou le ruban.

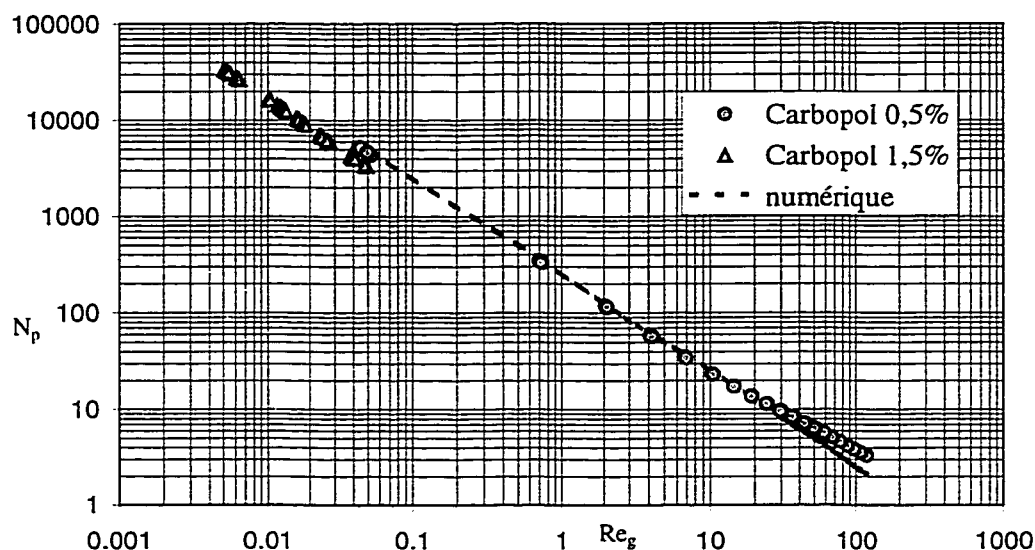


Figure 4.20 : Courbe de puissance pour l'ancre, fluides à seuil

Sur ces figures, le nombre de puissance  $N_p$  est représenté en fonction du nombre de Reynolds généralisé ( $N_p = K_p / Re_g$ ):

$$Re_g = \frac{\rho N^{2-n} D^2}{\sigma_0 k_s^{-1} N^{-n} + K k_s^{n-1}} \quad (4.17)$$

et non en fonction du nombre de Reynolds  $Re_{hb}$  (3.66) pour deux raisons. D'une part, ce choix permet de regrouper sur une même courbe la puissance consommée pour plusieurs fluides, et d'autre part, il permet d'arriver à une valeur limite du régime laminaire plus proche des valeurs habituelles. Sur les Figure 4.20 et Figure 4.21, on peut voir que cette limite (c'est-à-dire la zone où les point expérimentaux s'éloignent de la droite) est comprise entre 10 et 100, soit 30

environ. Pour les fluides newtoniens (Figure 4.9) et pour les fluides d'Ostwald (Figure 4.15 et Figure 4.16), cette limite est aussi comprise entre 10 et 100. En choisissant le  $Re_{hb}$ , cette limite est inférieure à 1. Pour unifier les comportements, il nous semble donc préférable d'utiliser le nombre de Reynolds défini par l'équation précédente.

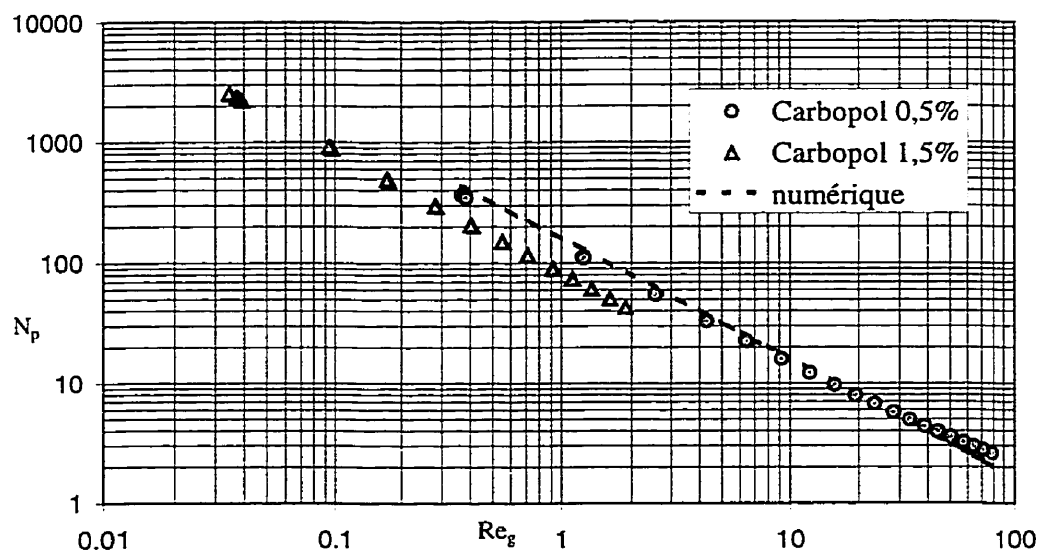


Figure 4.21 : Courbe de puissance pour le ruban

#### 4.II.5) Bilan :

Récapitulons à présent les précédents résultats à l'aide du Tableau 4.15.

Tableau 4.15 : Influence des variables  $N$ ,  $m$ ,  $n$  et  $\sigma_o$  sur  $k_r$

	loi de puissance	seuil			
	$n$	$N$	$m$	$n$	$\sigma_o$
ancree	—	—	—	↓	↑
ruban	↑	↓	?	↓	—
turbine	—	?	?	?	↑

Dans ce tableau, un signe — indique que la variable correspondante n'a pas d'influence sur  $k_s$  ; un signe  $\uparrow$  (respectivement  $\downarrow$ ) indique que  $k_s$  évolue comme (respectivement dans le sens opposé à) la variable. Il est assez difficile de dégager des tendances à partir de ce tableau :  $k_s$  est par exemple insensible à  $n$  pour l'ancre et un fluide loi de puissance, mais diminue avec un fluide à seuil et le même agitateur. D'autre part, il augmente avec  $n$  pour les fluides loi de puissance, et diminue avec  $n$  pour les fluides à seuil dans le cas du ruban.

Mais sans aller plus avant dans l'analyse de ce tableau, il convient de prendre un peu de recul : qu'est-ce que  $k_s$ , et à quoi sert ce concept ?

En elle-même, la valeur de  $k_s$  est inutile dans le sens où elle n'a aucune fonction explicative. Elle ne permet pas de comprendre ou d'expliquer un phénomène. C'est ce qu'on pourrait appeler une constante d'ingénieur. Elle est seulement utile pour :

- ♦ prédire la consommation de puissance avec un fluide non newtonien ;
- ♦ avoir une idée du niveau de cisaillement dans la cuve.

Nous reviendrons dans le paragraphe 4.III sur ce deuxième point mais arrêtons-nous dès maintenant sur le premier, la prédiction de consommation de puissance. Pour cela, nous allons faire un calcul d'incertitude sur la puissance et évaluer l'importance du  $k_s$  sur cette incertitude. Comme on l'a vu dans le troisième chapitre, on peut connaître la puissance consommée avec un fluide à seuil à partir de la formule suivante :

$$P = K_p k_s^{-1} D^3 N^{n+1} (\sigma_o N^{-n} + K k_s^n) \quad (4.18)$$

On suppose que le diamètre et la vitesse sont parfaitement connus, c'est-à-dire que l'incertitude sur  $D$  et  $N$  est nulle, soit  $\Delta D = \Delta N = 0$ . L'incertitude sur la puissance consommée est alors :

$$\Delta P = \frac{\partial P}{\partial K_p} \Delta K_p + \frac{\partial P}{\partial k_s} \Delta k_s + \frac{\partial P}{\partial n} \Delta n + \frac{\partial P}{\partial \sigma_o} \Delta \sigma_o + \frac{\partial P}{\partial K} \Delta K \quad (4.19)$$

$$\text{avec :} \quad \frac{\partial P}{\partial K_p} = k_s^{-1} D^3 N^{n+1} (\sigma_o N^{-n} + K k_s^n) \quad (4.20)$$

$$\frac{\partial P}{\partial k_s} = K_p D^3 N^{n+1} [\sigma_o N^{-n} k_s^{-2} + K (1-n) k_s^{n-2}] \quad (4.21)$$

$$\frac{\partial P}{\partial \sigma_o} = K_p k_s^{-1} D^3 N \quad (4.22)$$

$$\frac{\partial P}{\partial n} = K_p k_s^{n-1} D^3 N^{n+1} K \ln(k_s N) \quad (4.23)$$

$$\frac{\partial P}{\partial K} = K_p k_s^{n-1} D^3 N^{n+1} \quad (4.24)$$

Pour évaluer l'incertitude, nous considérons nos conditions expérimentales, soit  $\sigma_o=100$  Pa,  $k=80$  Pa.s<sup>n</sup>,  $n=0,27$  (solution de Carbopol à 1,5%). Les  $K_p$  pour l'ancre, le ruban, la turbine valent respectivement 250, 160 et 70. Les  $k_s$  quant à eux valent 20, 16 et 7. Le choix du diamètre n'influence pas les résultats.

Il faut également supposer une incertitude sur chacune des variables. Pour les variables rhéologiques, on se sert des résultats expérimentaux. Les modèles des solutions de Carbopol sont  $\sigma=43,1+7,16 \dot{\gamma}^{0,42}$  et  $\sigma=30,7+13,4 \dot{\gamma}^{0,21}$  (solution à 0,5%) ou  $\sigma=41+13,3 \dot{\gamma}^{0,46}$  et  $\sigma=100+80 \dot{\gamma}^{0,27}$  (solution à 1,5%) selon qu'il s'agit de rhéométrie à vitesse imposée ou à contrainte imposée. On estime donc l'incertitude à 20% sur  $\sigma_o$  et  $K$  (soit  $\Delta \sigma_o=20$  Pa et  $\Delta K=16$  Pa.s<sup>n</sup>) et 0,2 sur  $n$ . Les résultats parus dans la littérature permettent aussi d'évaluer l'incertitude à ce niveau. L'écart entre le seuil des équations 4.12 et 4.13 est même plus important.

Pour les variables concernant l'agitateur, le  $K_p$  peut être assez différent s'il est déterminé à partir de corrélation ou expérimentalement (voir Figure 4.10). On pose donc  $\Delta K_p=50$  pour

l'ancre et le ruban et 30 pour la turbine. Enfin, au vu de nos résultats on pose  $\Delta k_s = 10$ . Le tableau résume l'importance de chacune des variables dans l'incertitude sur la puissance consommée. Chaque chiffre correspond au pourcentage de l'incertitude attribuable à la variable par rapport à l'incertitude totale sur P.

Tableau 4.16 : Incertitudes sur le calcul de la puissance

		fluide				agitateur		
	vitesse	$\sigma_o$	K	n	total	$K_p$	$k_s$	total
ancre	10 rpm	1%	90%	2%	93%	2%	5%	7%
	100 rpm	1%	92%	2%	95%	2%	3%	5%
ruban	10 rpm	1%	88%	2%	91%	3%	6%	9%
	100 rpm	2%	90%	2%	93%	3%	4%	7%
turbine	10 rpm	1%	80%	1%	82%	5%	14%	18%
	100 rpm	1%	84%	1%	86%	4%	10%	14%

Il apparaît donc que l'incertitude due à  $k_s$  n'est jamais très importante. Pour les agitateurs raclants, ancre ou ruban à 10 ou 100 rpm, cette incertitude est toujours inférieure à 10% de l'incertitude totale. Les variables prépondérantes sont celle provenant de la rhéométrie,  $\sigma_o$ , n et surtout K. L'incertitude causée par ces trois variables est de l'ordre de 80 ou 90% de l'incertitude totale.

En ce qui concerne la turbine, la tendance est un peu moins marquée. La part du  $k_s$  dans l'incertitude totale se monte à environ 15% aux petites vitesses. Mais il faut bien noter que dans de telles conditions le calcul de la puissance n'est pas très utile. En effet, l'agitation à de petites vitesses avec une turbine n'est pas synonyme de mélange : il se forme une cavité de la taille de la turbine selon la corrélation d'Elson (2.71). Presque toute la totalité de la cuve est donc



stagnante. Quoi qu'il en soit, la part de l'incertitude causée par une connaissance imprécise de la rhéologie est là encore plus importante que celle causée par  $K_p$  et  $k_s$ .

Finalement, comme on le voit dans le Tableau 4.15, s'il s'avère que le  $k_s$  n'est pas tout à fait constant, ces variations sont sans conséquence sur le calcul de la puissance comparativement aux variations dues à une méconnaissance de la rhéologie du fluide. Dans le cas de l'ancre, une corrélation permettant de connaître  $k_s$  en fonction de  $n$  ou  $\sigma_o$  ne diminuerait l'incertitude que de 10%, ce qui est négligeable.

Notons que pour d'autres paramètres rhéologiques, un seuil nul par exemple, on arrive à des conclusions similaires.

Du point de vue de la consommation de puissance le  $k_s$  peut être considéré constant. Les formules développées à la fin du troisième chapitre afin de prédire la consommation de puissance d'un fluide thixotrope supposaient pour être utilisables un  $k_s$  à peu près constant, indépendant du nombre d'Herschel-Bulkley, et donc du temps pour un fluide thixotrope. Cette hypothèse étant vérifiée, on les utilisera dans le paragraphe suivant.

#### 4.II.6) Fluides thixotropes :

##### 4.II.6.1) Comparaison des résultats numériques et expérimentaux :

Seuls des résultats numériques sont présentés dans ce paragraphe. Pour l'essentiel, on a essayé de reproduire les données publiées dans [Šesták 1982]. Dans cette étude, une suspension de bentonite est agitée au moyen d'une ancre (voir Figure 4.22).

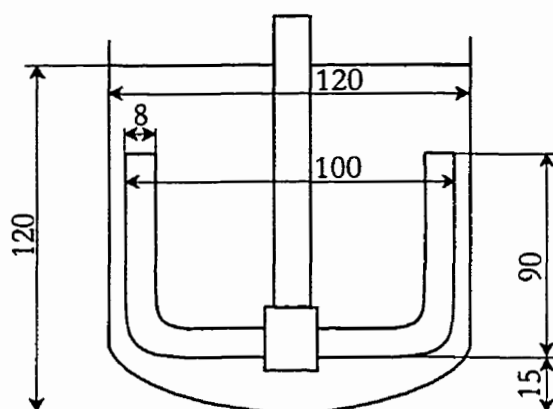


Figure 4.22 : Dimensions de l'ancre de Šesták et Houska (en mm)

Le modèle rhéologique retenu par les auteurs est celui de Cheng (équation 2.20) avec les paramètres suivants :  $\sigma_0 = 0 \text{ Pa}$  ;  $\Delta\sigma = 21,5 \text{ Pa}$  ;  $K = 3,13 \text{ Pa.s}^n$  ;  $n = 0,36$  ;  $k_r = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  ;  $k_d = 1,44 \cdot 10^{-5}$ . La masse volumique n'est pas précisée mais elle vaut environ  $\rho = 1050 \text{ kg.m}^{-3}$  d'après une estimation basée sur une valeur de nombre de Reynolds.

Les seules valeurs expérimentales reproduites dans l'article sont celles de la Figure 2.19. Il s'agit d'un échelon de vitesse d'agitation de 45 rpm à 135 rpm (cercles blancs) et de 1200 rpm à 135 rpm (cercles noirs). Dans le premier cas, on passe en changeant de vitesse à un état plus déstructuré, donc de seuil plus faible : la puissance d'agitation diminue pour atteindre une valeur d'équilibre. Dans le deuxième, on passe d'un état très déstructuré (grande vitesse d'agitation) à un état plus structuré : le seuil augmente, la puissance d'agitation également.

Les essais consacrés à la reproduction de ces résultats n'ont pas été concluants. La vitesse d'agitation de 135 rpm est en effet trop importante pour atteindre une solution numérique convergée. À cette vitesse élevée se conjuguent également des paramètres rhéologiques éloignés du cas newtonien (en particulier  $n=0,36$ ).

Nous avons donc simulé la puissance d'agitation de cette solution de bentonite à d'autres conditions. La comparaison faite dans ce paragraphe n'est pas celle de valeurs numériques et

expérimentales, mais de valeurs numériques et de valeurs obtenues par la formule (3.70) avec un nombre de Reynolds et un nombre d'Herschel-Bulkley variables dans le temps. Ces formules font appel aux paramètres rhéologiques mais aussi aux caractéristiques du système cuve/agitateur, c'est-à-dire  $K_p$  et  $k_s$ .

Ces deux constantes ont donc tout d'abord été calculées à partir de simulations d'agitation avec un fluide newtonien et un fluide loi de puissance. On trouve de façon similaire à ce qui a été expliqué dans les paragraphes précédents,  $K_p = 155$  et  $k_s = 18$ . Expérimentalement, ces constantes valent dans l'étude de Šesták et al. 140 et 39. L'accord entre les  $K_p$  numérique et expérimental est bon (10% de différence), par contre il ne l'est pas en ce qui concerne le  $k_s$ . Nous n'avons pas trouvé d'explication satisfaisante à ce désaccord.

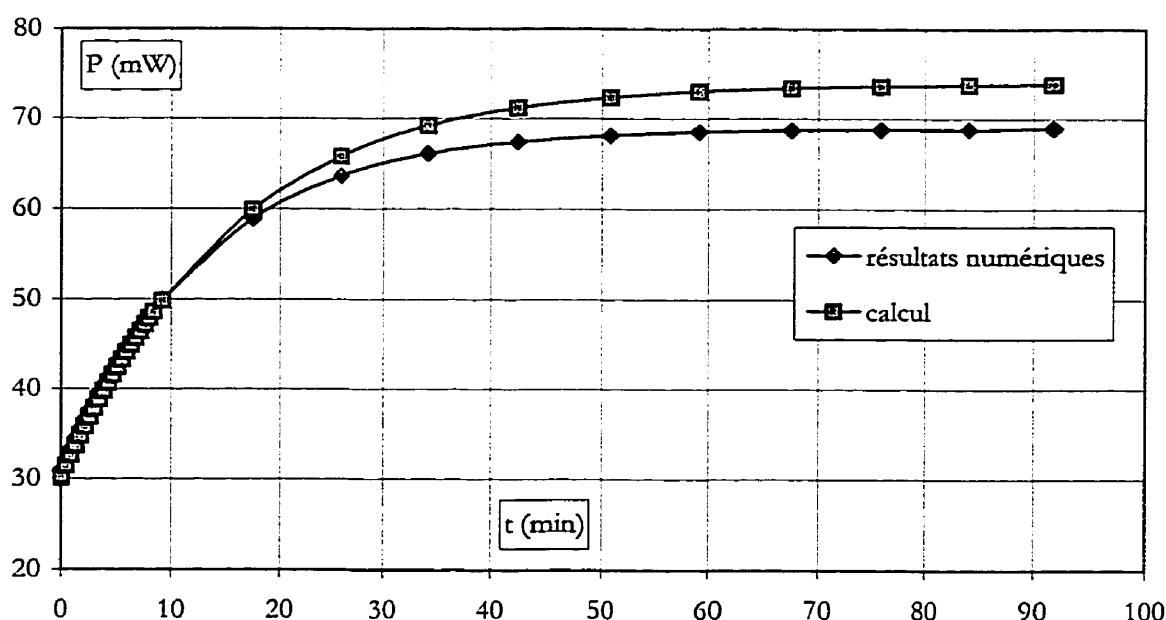


Figure 4.23 : Puissance d'agitation avec un fluide thixotrope

Sur la Figure 4.23, les losanges noirs sont les valeurs de puissance obtenues directement après la simulation en régime transitoire. L'état de départ ( $t=0$ ) est caractérisé par le paramètre de structure  $\lambda_0 = 0,21$ . Avec le modèle de Cheng,  $\lambda_0$  vaut :

$$\lambda_o = \frac{k_r}{k_r + k_d \dot{\gamma}_{t \rightarrow 0}} \quad (4.25)$$

c'est-à-dire  $\lambda_{t \rightarrow \infty}$  de la précédente vitesse. En supposant que ce  $\dot{\gamma}$  est la vitesse de cisaillement équivalente ( $k_s N$ ), on a accès à la première vitesse de l'échelon, soit dans notre cas  $N=870$  rpm. L'échelon qu'on simule est donc le passage d'une grande vitesse à une petite vitesse ( $N=20$  rpm), donc d'un état fortement déstructuré à un état structuré. Il faut donc s'attendre à voir la puissance augmenter jusqu'à une valeur limite. C'est ce qu'on peut voir sur la Figure 4.23. La puissance augmente de  $P=31$  mW à 69 mW, soit une variation d'environ 100%, l'augmentation étant seulement due au caractère thixotrope du fluide simulé.

Sur cette même figure, on peut se rendre compte du bon accord (moins de 8% de différence) existant entre les résultats numériques et ceux obtenus avec la formule (3.70). Puisque cet accord est bon, on peut penser utiliser cette formule (3.70) pour comparer indirectement les résultats numériques aux résultats expérimentaux de la Figure 2.19. C'est ce qui est fait sur la Figure 4.24.

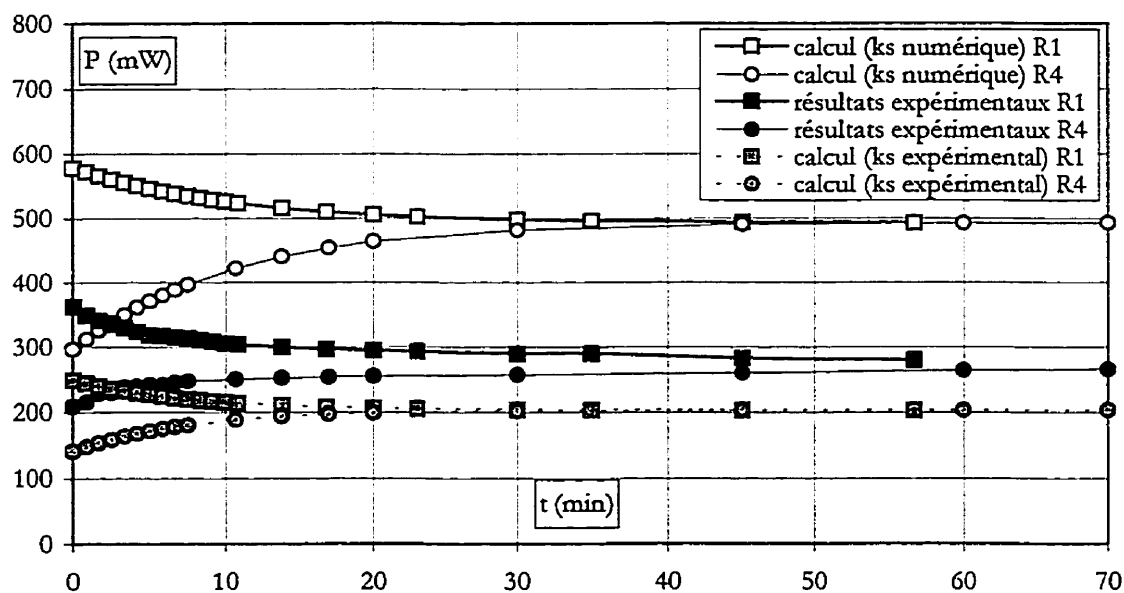


Figure 4.24 : Puissance d'agitation de fluides thixotropes, résultats expérimentaux et numériques

Les valeurs expérimentales (symboles noirs) sont présentées ainsi que les puissances obtenues à partir de (3.70) et des valeurs de  $K_p$  et  $k_s$  numériques (symboles blancs, traits continus, partie supérieure), et les puissances obtenues à partir de cette même formule et des valeurs de  $K_p$  et  $k_s$  expérimentales (symboles blancs, traits pointillés, partie inférieure).

On peut s'étonner dans un premier temps de voir les puissances obtenues avec les  $K_p$  et  $k_s$  expérimentaux éloignées des valeurs expérimentales, ceci étant en contradiction avec la Figure 2.19 affichant un bon accord. Ces deux représentations devraient être identiques, la seule modification ayant été le passage du couple à la puissance. Rappelons que ces données sont les seules données comparatives de l'article de Šesták et al. Malheureusement, elles font appel non pas aux  $K_p$  et  $k_s$  de l'article, mais à des relations non précisées Puissance =  $f(Re)$ .  $K_p$  et  $k_s$  ne peuvent être utilisés car à 135 rpm, le régime d'écoulement n'est pas le régime laminaire mais le régime de transition. Il n'est pas trop surprenant de constater une mauvaise correspondance entre les valeurs expérimentales et nos valeurs provenant des  $K_p$  et  $k_s$  numériques puisqu'elles supposent que le régime est laminaire.

Ceci dit, il est également surprenant de constater une grande différence entre les valeurs obtenues avec les  $K_p$  et  $k_s$  numériques et celles obtenues avec les  $K_p$  et  $k_s$  expérimentaux. Cette différence est uniquement due aux  $k_s$ , 18 dans un cas et 39 dans l'autre puisque les  $K_p$  sont très proches. N'est-ce pas en apparence contradiction avec la conclusion du paragraphe précédent affirmant que le poids du  $k_s$  est faible ?

Non, car cette conclusion, si elle valable pour des fluides à seuil, ne doit pas être généralisée aux fluides thixotropes. Dans ce cas, les paramètres rhéologiques varient avec le temps, cette variation étant prédite par  $\lambda$ , le paramètre de structure.  $\lambda$  dépend lui du cisaillement, et c'est par l'intermédiaire du  $k_s$  qu'on a accès à ce cisaillement. Les paramètres rhéologiques dépendent du  $k_s$ . La prédiction de la puissance consommée est donc sensible au  $k_s$  dans le cas de fluides

thixotropes.

#### 4.II.6.2) Choix du nombre de Reynolds :

Pour les fluides de type loi de puissance, deux nombres de Reynolds se rencontrent,  $Re_p$  (équation 3.67) et  $Re_g$  (équation 2.35). Concernant les fluides à seuil, là aussi, deux nombres de Reynolds coexistent,  $Re_{hb}$  (équation 3.66) et  $Re_g$  (équation 4.17). Enfin de la même façon, il existe deux nombres de Reynolds pour les fluides thixotropes, identiques aux précédents en remplaçant  $K$  par  $K+\Delta K\lambda$  et  $\sigma_o$  par  $\sigma_o+\Delta\sigma\lambda$ . Dans ce qui précède, le nombre de Reynolds généralisé a été utilisé pour les courbes  $Np=f(Re)$  car il permet de regrouper les résultats sur une même courbe maîtresse. Comme nous l'avons aussi évoqué, le choix du nombre de Reynolds influence la limite régime laminaire/régime transitoire. Le nombre de Reynolds généralisé était préférable avec les fluides à seuil. Cela semble aussi le cas avec les fluides thixotropes étudiés ici.

Les résultats expérimentaux de Šesták et al. montrent qu'à  $N=135$  rpm, le régime est transitoire. A ces conditions,  $Re_{hb}$  vaut 3 alors que  $Re_g$  vaut 70. La limite laminaire/transitoire étant habituellement 10, le choix de  $Re_g$  préférablement à  $Re_{hb}$  est plus cohérent. Ajoutons que le nombre de Reynolds généralisé a le mérite de la simplicité puisque sa définition est indépendante de la rhéologie du fluide.

#### 4.II.6.3) Bilan :

Pour résumer, on a montré dans ce paragraphe que la simulation de l'agitation de fluides thixotropes, c'est-à-dire d'un fluide dont la rhéologie évolue avec le temps, était réalisable, les résultats étant cohérents avec ceux provenant de la formule théorique (3.70). Pour ce type de rhéologie, on a aussi mis en évidence sur la sensibilité de la prédiction de puissance à la valeur du  $k_s$ . Enfin, le nombre de Reynolds généralisé  $Re_g$  a été jugé préférable à  $Re_{hb}$ .

### 4.III. VITESSES DE CISAILLEMENT

Jusqu'à présent, nous avons utilisé  $k_s$  comme constante utile au calcul de la puissance. Plutôt que la puissance, on va étudier dans ce paragraphe  $k_s$  sous l'angle de la vitesse de cisaillement équivalente. Connaître cette vitesse de cisaillement peut être important. On peut citer l'exemple de la fabrication des émulsions ou bien de la préparation de suspensions lorsque les pigments sont cassants ou enfin celui de fermentations où les micro-organismes ne peuvent supporter de trop grands cisaillements. On pourrait donc penser qu'il est nécessaire de déterminer  $k_s$  précisément, en particulier de rendre compte de son évolution avec les paramètres rhéologiques ( $\sigma_0$  et  $n$ ). Puisque la simulation nous permet d'avoir accès aux vitesses de cisaillement partout dans la cuve, on va évaluer pour l'ancre et le ruban :

- ♦ l'intérêt d'utiliser ce  $k_s$  pour avoir une idée du niveau de cisaillement ;
- ♦ l'influence de la vitesse de rotation ;
- ♦ l'influence du modèle rhéologique : newtonien, Bingham ou Herschel-Bulkley.

On appelle ici vitesse de cisaillement la norme du tenseur des vitesses de cisaillement (ou tenseur de déformation) (voir équations 3.11 et 3.61).

#### 4.III.1) Ancre :

Les profils de vitesse de cisaillement sont présentés à 3 vitesses de rotation (3 rpm, 10 rpm et 100 rpm). Dans un premier temps, arrêtons nous au cas  $N = 10$  rpm (Figure 4.25 à Figure 4.27). Sur la Figure 4.25, la vitesse de cisaillement évolue en fonction de la position radiale  $r/R$  pour une position axiale donnée (milieu de la cuve, soit  $z=H/2$ ). A  $r/R=0$ , on est au centre de la cuve et à  $r/R=1$  au bord de la cuve. De  $r/R=0,7$  à  $0,9$ , la vitesse de cisaillement est nulle, il s'agit de la lame de l'ancre. De  $r/R=0$  à  $r/R=0,05$ , il s'agit de l'axe de l'ancre.

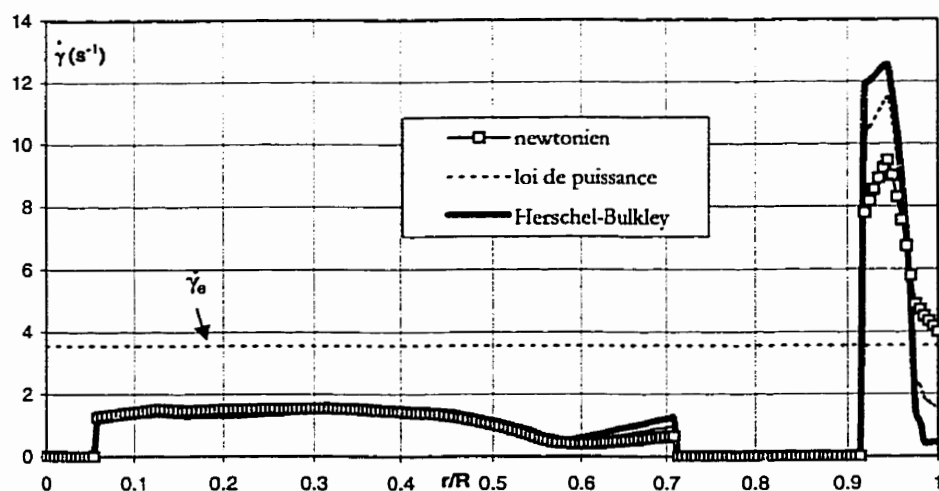


Figure 4.25 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, cas de l'ancre,  $N=10$  rpm

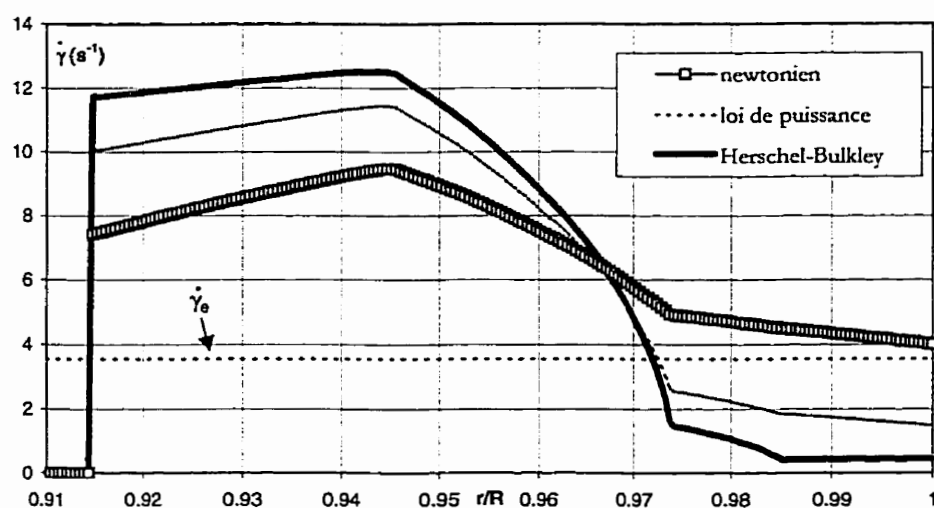


Figure 4.26 : Profil de vitesse de cisaillement dans l'entrefer, ancre,  $N=10$  rpm

La Figure 4.26 est un agrandissement de la zone comprise entre  $r/R=0,9$  et  $r/R=1$ , soit l'entrefer. Enfin la Figure 4.27 fait varier la vitesse de cisaillement de  $r/R=0$  à  $r/R=1$ , c'est-à-dire du centre au bord de la cuve, dans une position perpendiculaire à la Figure 4.25, donc dans une région où l'ancre est absente. Sur chaque graphique, trois courbes apparaissent, "newtonien", "loi de puissance" et "Herschel-Bulkley".



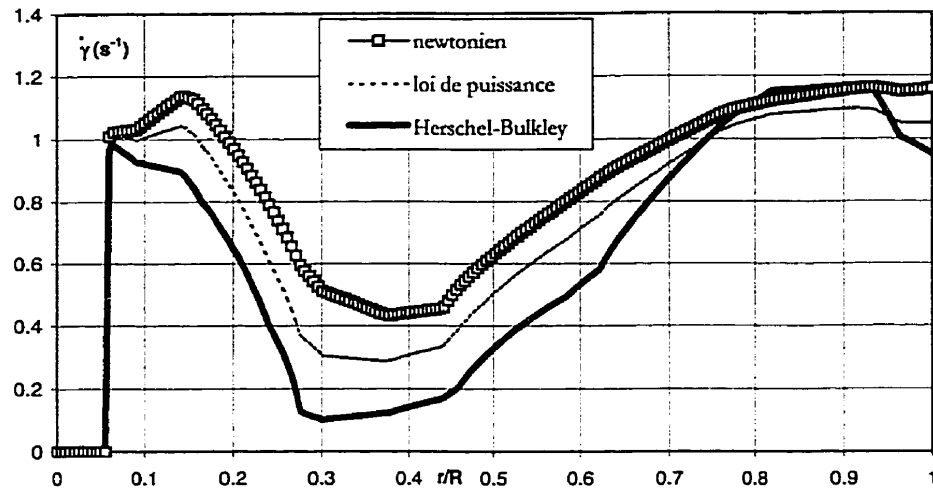


Figure 4.27 : Profil de vitesse de cisaillement, sans lame, ancre,  $N=10$  rpm

Elles correspondent aux modèles rhéologiques suivants :

$$\text{newtonien : } \sigma = 13,3\dot{\gamma} \quad (4.26)$$

$$\text{loi de puissance : } \sigma = 13,3\dot{\gamma}^{0,46} \quad (4.27)$$

$$\text{Herschel-Bulkley : } \sigma = 41 + 13,3\dot{\gamma}^{0,46} \quad (4.28)$$

Logiquement, la vitesse de cisaillement est la plus importante dans l'entrefer ; c'est là que le gradient de vitesse  $y$  est le plus prononcé puisque l'ancre tourne à la vitesse  $N$  alors que le bord de la cuve est fixe. Un calcul simple permet d'ailleurs de vérifier l'ordre de grandeur de cette vitesse de cisaillement : l'ancre de diamètre  $D=0,19$  m tournant à  $N=10$  rpm, sa vitesse linéaire est environ  $0,1$  m.  $s^{-1}$ . La cuve est fixe et elle est éloignée de  $C=0,01$  m. Le gradient de vitesse est donc de l'ordre de  $10$   $s^{-1}$ , ce qui est bien le cas sur la Figure 4.26.

En ce qui concerne cette dernière figure, quelques commentaires sont nécessaires. Les éléments utilisés lors des simulations sont de type  $P_1^+-P_0$ , la vitesse est donc linéaire dans chaque élément. La vitesse de cisaillement est donc a priori constante dans chaque élément. Pourtant rien de tel n'apparaît sur la Figure 4.26. On distingue 4 zones ( $0,915 < r/R < 0,945$  ;

$0,945 < r/R < 0,975$  ;  $0,975 < r/R < 0,985$  ;  $0,985 < r/R < 1$ ), c'est-à-dire 4 éléments où  $\dot{\gamma}$  n'est pas constant. En fait, ces variations sont seulement causées par des lissages postérieurs aux calculs.

Si on étudie l'évolution de la vitesse de cisaillement avec la vitesse, on s'aperçoit de la parfaite similitude existant entre les graphiques. Les vitesses de cisaillement, comme le suppose la relation de Metzner et Otto, sont bien proportionnelles à la vitesse de rotation. A  $N=3$  rpm, le maximum vaut  $3,6 \text{ s}^{-1}$  (fluide à seuil),  $12 \text{ s}^{-1}$  à  $N=10$  rpm et  $120 \text{ s}^{-1}$  à  $N=100$  rpm. Dans la zone centrale,  $\dot{\gamma}$  vaut  $0,5 \text{ s}^{-1}$  à 3rpm,  $1,8 \text{ s}^{-1}$  à 10 rpm et  $18 \text{ s}^{-1}$  à 100 rpm.

La comparaison entre les rhéologies est plus délicate dans la mesure où aucune différence nette n'apparaît. Le fluide à seuil subit dans l'entrefer une vitesse de cisaillement plus importante que le fluide loi de puissance, elle même plus importante que le fluide newtonien. Mais la situation est inversée dans la zone sans lame (Figure 4.27).

La vitesse de cisaillement équivalente  $\dot{\gamma}_e$  a été calculée à partir de la valeur de  $k_s$  calculée numériquement, soit  $k_s = 21,4$ . Elle est bien dans tous les cas une vitesse de cisaillement "moyenne" dans la cuve.

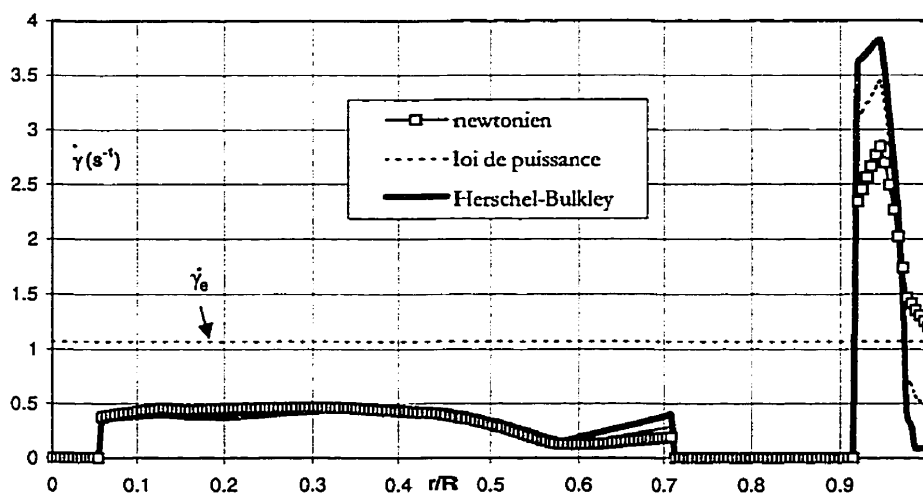


Figure 4.28 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ancre,  $N=3$  rpm

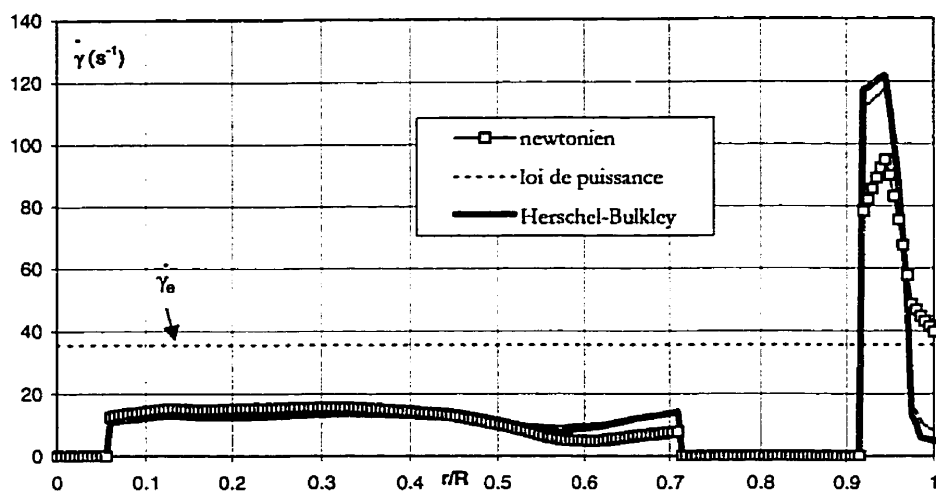


Figure 4.29 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ancre,  $N=100$  rpm

#### 4.III.2) Ruban :

Avec le ruban, la même représentation est choisie, mais cette fois (Figure 4.30)  $r/R$  varie de -1 à 1, toute la cuve étant balayée radialement (à  $z=H/2$ ).

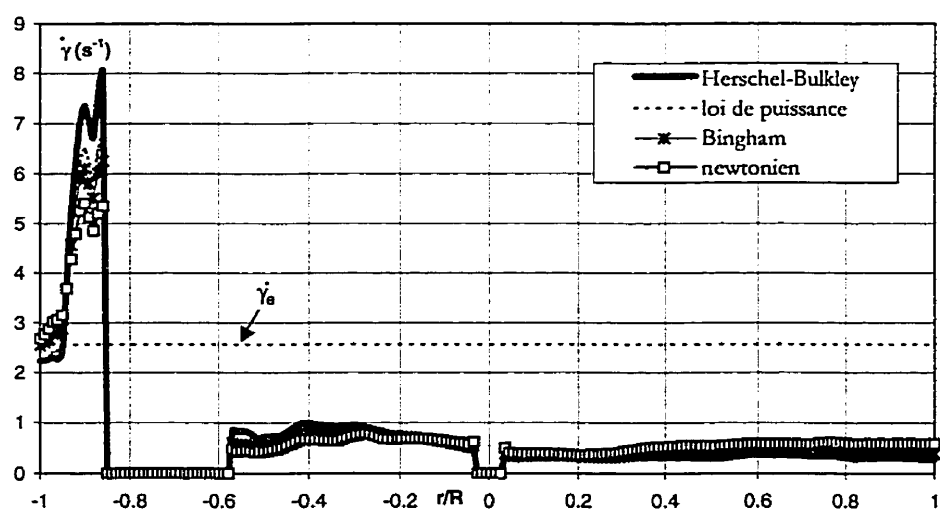


Figure 4.30 : Profil de vitesse de cisaillement, lame, ruban,  $N=10$  rpm

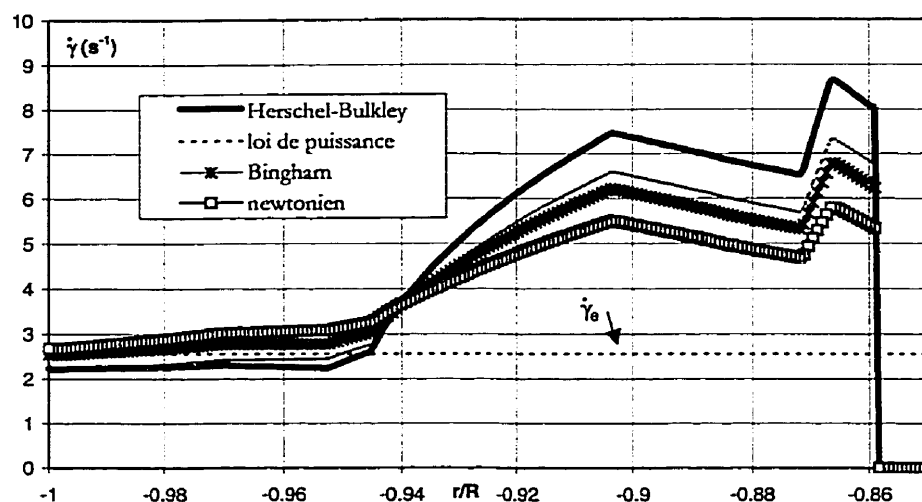


Figure 4.31 : Profil de vitesse de cisaillement, entrefer, ruban,  $N=10$  rpm

A  $N=10$  rpm, la Figure 4.31 montre la vitesse de cisaillement dans l'entrefer. Le calcul rapide pour estimer la vitesse de cisaillement maximale est encore valable puisqu'à 10 rpm,  $D=0,18$  m et avec un entrefer  $C=0,015$  m, on trouve  $\pi \times 0,18 \times (10/60) / 0,015$  soit  $6 \text{ s}^{-1}$ .

En plus des trois rhéologies présentées pour l'ancre, on a ici le profil de vitesse de cisaillement dans le cas d'un fluide de Bingham. Comme précédemment, la vitesse de cisaillement est la plus élevée dans l'entrefer (Figure 4.31) pour le fluide d'Herschel-Bulkley, puis le fluide loi de puissance et le fluide newtonien. Mais à nouveau comme pour l'ancre, les zones sans lame montrent le schéma inverse. Le fluide de Bingham vient s'intercaler entre le fluide loi de puissance et le fluide newtonien. Tout autant que le seuil, l'indice de rhéofluidifiante  $n$  est donc important, et des conclusions tirées pour des fluides de Bingham ne peuvent être facilement extrapolées à des fluides d'Herschel-Bulkley.

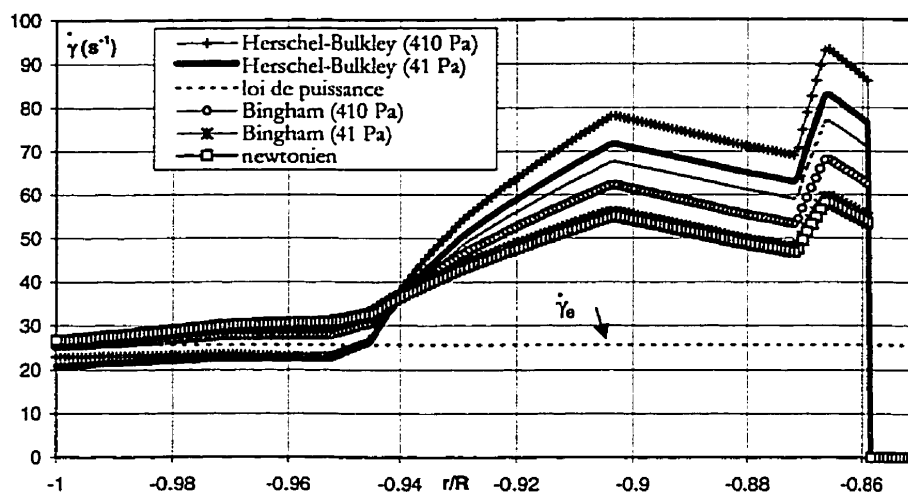


Figure 4.32 : Profil de vitesse de cisaillement, entrefer, ruban,  $N=100$  rpm

A 100 rpm (Figure 4.32) on a aussi une exacte similitude avec  $N=10$  rpm. La vitesse de cisaillement maximale est 10 fois celle du cas  $N=10$  rpm confirmant à la fois le résultat obtenu avec l'ancre et l'hypothèse de Metzner et Otto.

Puisqu'à 100 rpm, l'effet du seuil se fait moins grand (HB diminue), les profils pour des seuils de 410 Pa plutôt que 41 Pa sont présentés sur les Figure 4.32 et Figure 4.33. A nouveau, plus le seuil augmente et plus la vitesse de cisaillement maximale dans l'entrefer augmente, la tendance semblant bien nette. Mais dans les zones sans lame (Figure 4.33), la situation est inverse.

Aux deux vitesses de rotation, la vitesse de cisaillement équivalente apparaît comme un vitesse de cisaillement "moyenne" puisqu'elle est comprise entre les vitesses de cisaillement maximale et minimale. Cette vitesse de cisaillement équivalente (à 100 rpm,  $26 \text{ s}^{-1}$ ) a été calculée à partir des résultats numériques vus précédemment, soit  $k_s = 15,4$ . D'après [Delaplace 1997] selon les études,  $k_s$  peut varier de 5 à 30 pour un ruban hélicoïdal. Par conséquent, le  $\dot{\gamma}_e$  peut être compris entre 8 et 50 selon les auteurs. Ces valeurs ne sont donc aberrantes au vu de

la Figure 4.32.

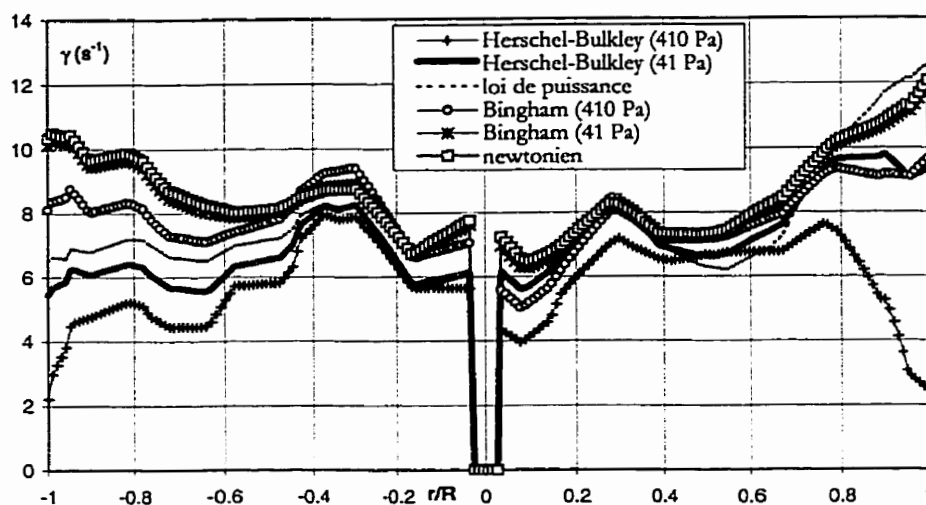


Figure 4.33 : Profil de vitesse de cisaillement, sans lame, ruban,  $N=100$  rpm

#### 4.III.2) Bilan :

Cette étude numérique des vitesses de cisaillement pour des agitateurs de type raclant nous a montré la validité de l'hypothèse de Metzner et Otto : les vitesses de cisaillement sont bien proportionnelles à la vitesse de rotation  $N$ , et ce, peu importe le comportement rhéologique du fluide.

Il semblerait à première vue que les vitesses de cisaillement dans l'entrefer sont plus importantes avec des fluides à seuil qu'avec des fluides newtoniens, l'augmentation étant d'autant plus prononcée que le seuil est élevé. La situation serait inversée dans des zones de faible cisaillement.

Enfin, et c'était l'objet principal du paragraphe, la vitesse de cisaillement équivalente  $\dot{\gamma}_e$  est bien une vitesse de cisaillement moyenne dans la cuve. Connaître  $k_s$  est nécessaire pour prédire cette vitesse de cisaillement. Mais en aucun cas, il n'apparaît qu'une connaissance précise du

$k_s$  ne soit par contre nécessaire. En effet, les variations sont telles dans la cuve, que  $\dot{\gamma}_e = k_s N$  ne peut en rendre compte. Faire varier  $k_s$  avec les paramètres rhéologiques n'apporterait rien. On peut donc dire que  $k_s$  permet d'avoir accès à une vitesse de cisaillement moyenne dans la cuve, la vitesse de cisaillement maximale pouvant être déterminée grossièrement pour les agitateurs raclants par la relation suivante :

$$\dot{\gamma}_{\max} = \frac{\pi D N}{C} \quad (4.29)$$

La vitesse de cisaillement maximale et la vitesse de cisaillement équivalente sont donc proportionnelles, peu importe la vitesse puisque :

$$\dot{\gamma}_{\max} = \frac{\pi D}{C k_s} \dot{\gamma}_e \quad (4.30)$$

Finalement, pour la consommation de puissance, et pour la prédiction d'une vitesse de cisaillement moyenne, considérer  $k_s$  constant apparaît suffisant.

Reste un dernier point que nous avons évoqué dans le chapitre III de ce mémoire : la rhéométrie. On peut théoriquement déterminer les paramètres rhéologiques  $\sigma_0$ ,  $K$  et  $n$  d'un fluide d'Herschel-Bulkley (équations 3.73 et 3.74) à partir de mesures de couple d'un système agité. Dans ce seul cas, connaître les variations de  $k_s$  en fonction des paramètres rhéologiques pourrait être plus décisif (même si cela revient à dire qu'il faudrait connaître les paramètres rhéologiques avant de les déterminer).

#### 4.IV. PROFILS D'ÉCOULEMENT

Pour la prédiction de la puissance, la présence d'un seuil ne pose pas de difficultés insurmontables. Mais sur les profils d'écoulement, le seuil a-t-il une influence ?

C'est ce qu'on évaluera dans ce paragraphe en examinant tout d'abord des trajectoires de traceurs en même temps que des vitesses axiales obtenues numériquement, puis en

caractérisant toujours numériquement les zones solides, et enfin en rendant compte d'un phénomène particulier observé expérimentalement.

#### 4.IV.1) Trajectoires :

Ce paragraphe est consacré à l'étude des trajectoires de particules virtuelles (voir 3.IV.3). Nous ne ferons pas d'analyse quantitative mais seulement qualitative des phénomènes observés.

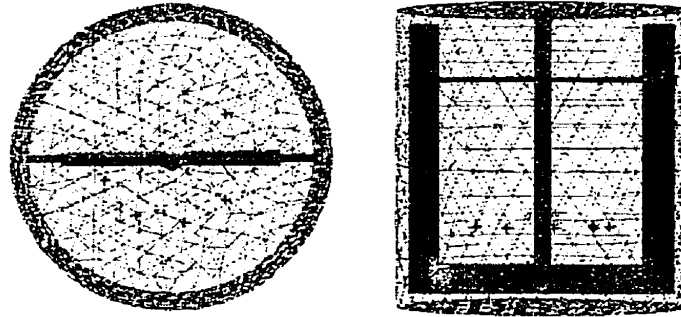
##### 4.IV.1.1) **Ancre** :

En premier lieu, on présente sur les Figure 4.34 à Figure 4.36, les trajectoires dans le cas de l'ancre à trois vitesses de rotation,  $N=3$  rpm (Figure 4.34), 10 rpm (Figure 4.35) et 100 rpm (Figure 4.36). Pour chaque vitesse, en plus des positions initiales des particules (vues de face et vue de dessus), trois comportements rhéologiques sont étudiés : newtonien, loi de puissance et Herschel-Bulkley (voir équations 4.26 à 4.28). Dans tous les cas (ancre et ruban), les trajectoires sont calculées sur une durée d'une minute (méthode d'intégration de Runge-Kutta d'ordre 4 avec un pas de temps de  $10^{-2}$  s ou  $10^{-3}$  s selon la vitesse de rotation).

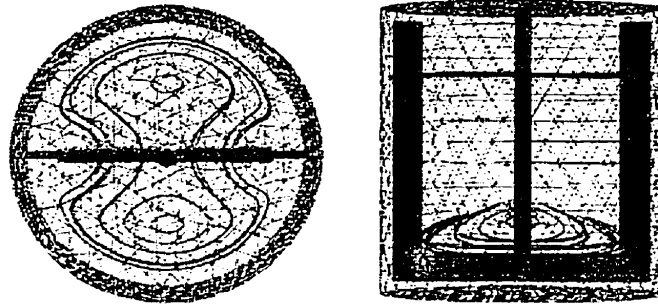
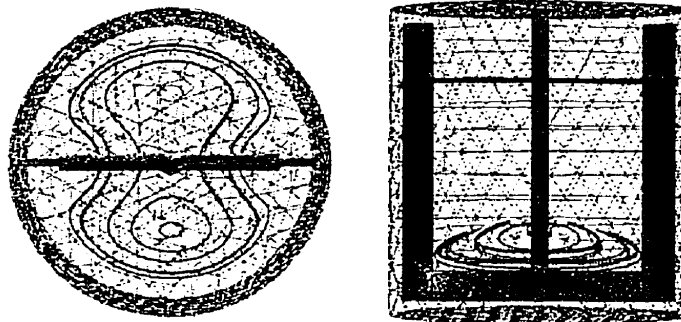
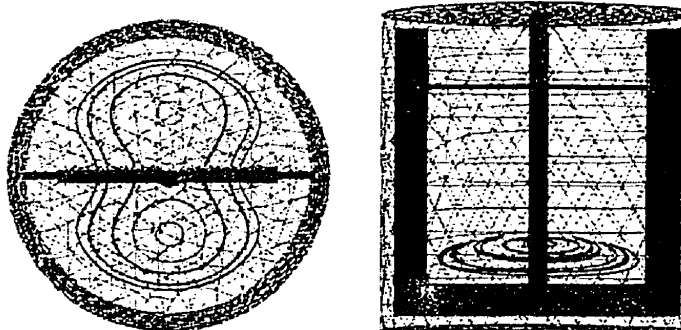
A 3 rpm, le pompage axial est pratiquement nul, les particules ne montent que légèrement au passage de la lame inférieure de l'ancre. Sur les vues de face, le pompage semble plus faible dans le cas du fluide à seuil. Avec ce même fluide, les trajectoires sont presque fermées (en particulier les courbes intérieures en vue de dessus) plus qu'avec le fluide loi de puissance et surtout qu'avec le fluide newtonien. Cela montre l'absence de mélange puisque c'est l'indication que les particules parcourent toujours la même trajectoire.

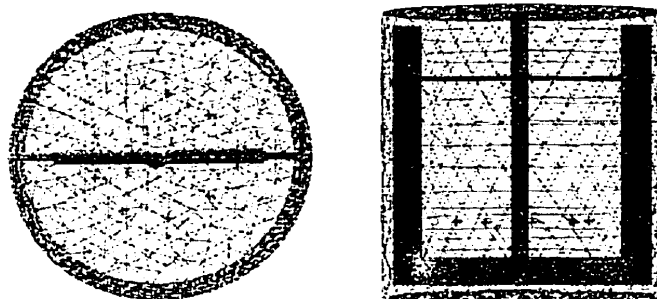
Rappelons que les trajectoires sont les trajectoires dans le repère lagrangien, c'est-à-dire cuve mobile et agitateur fixe. Il n'est pas facile de transformer intuitivement les trajectoires du repère lagrangien au repère eulérien (agitateur mobile). Dans ce repère, on peut diviser la cuve en deux



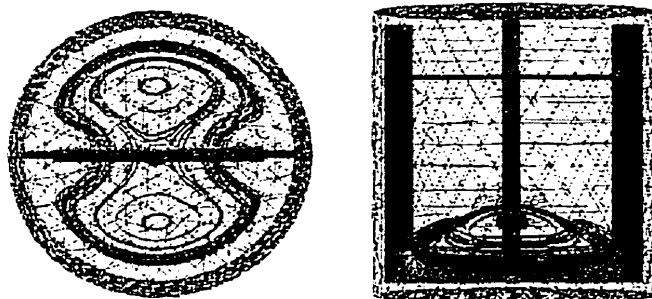


Positions initiales

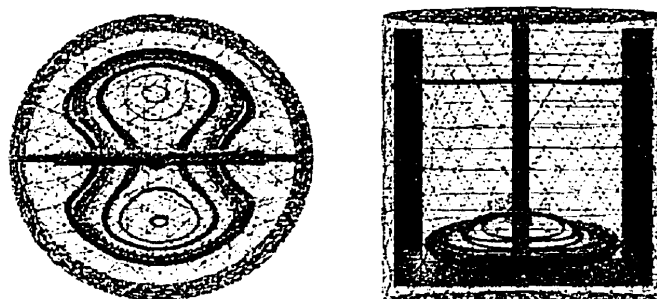
Fluide newtonien ( $\sigma = 13,3\dot{\gamma}$ )Fluide de comportement loi de puissance ( $\sigma = 13,3\dot{\gamma}^{0,46}$ )Fluide de comportement Herschel-Bulkley ( $\sigma = 41 + 13,3\dot{\gamma}^{0,46}$ )Figure 4.34 : Influence du seuil sur les trajectoires,  $N = 3 \text{ rpm}$ , ancre



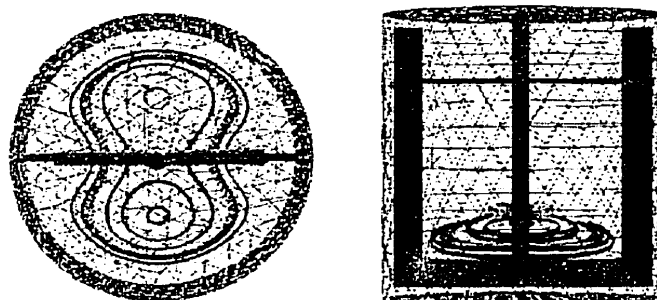
Positions initiales



Fluide newtonien

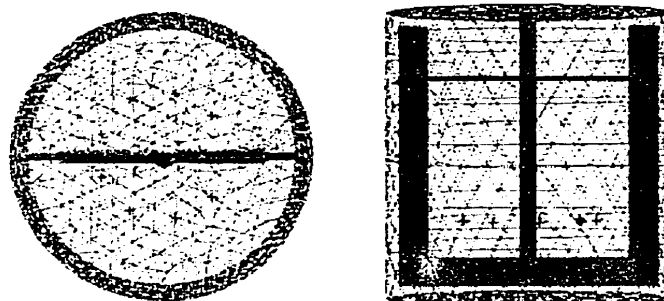


Fluide de comportement loi de puissance

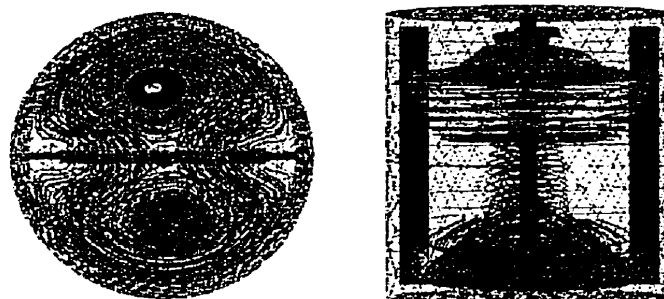


Fluide de comportement Herschel-Bulkley

Figure 4.35 : Influence du seuil sur les trajectoires,  $N = 10 \text{ rpm}$ , ancre



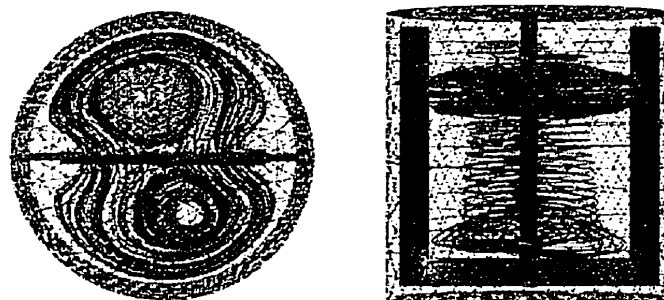
Positions initiales



Fluide newtonien



Fluide de comportement loi de puissance



Fluide de comportement Herschel-Bulkley

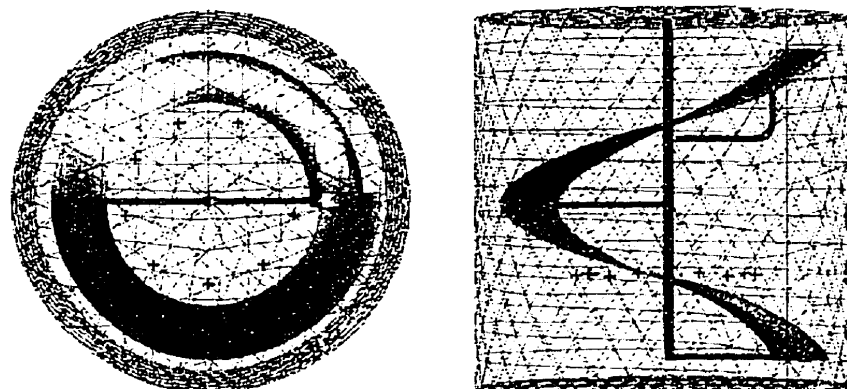
Figure 4.36 : Influence du seuil sur les trajectoires,  $N = 100 \text{ rpm}$ , ancre

demi-cylindres, l'ancre étant la limite entre ces deux parties. Lorsque l'agitateur tourne, ces deux parties tournent avec lui. Les trajectoires de la Figure 4.34 (repère lagrangien) ne coupant pas l'agitateur sont des trajectoires de particules se trouvant toujours dans la même partie dans le repère eulérien. Au contraire, les trajectoires coupant l'agitateur sur la Figure 4.34 sont les trajectoires de particules qui vont et viennent dans l'une et l'autre des deux parties.

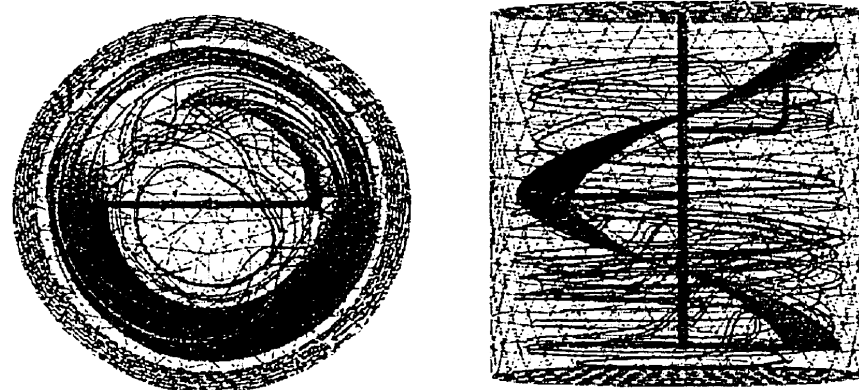
Le mélange est mauvais à 3 rpm, mais cela n'a rien de surprenant avec une ancre. A 10 rpm, le pompage axial est meilleur mais il n'y a toujours pas de bon mélange. Le seuil inhibe un peu le mélange puisque les trajectoires sont plus fermées, mais il ne transforme pas véritablement le profil d'écoulement.

A 100 rpm, les trajectoires sont bien différentes puisque les particules accèdent à la partie supérieure de la cuve en montant le long de l'axe de rotation. La barre supérieure joue un rôle non négligeable puisqu'elle favorise la dispersion des particules dans le haut de la cuve. Cette barre pourrait d'ailleurs être remplacée par une lame inclinée ou profilée afin d'augmenter le pompage. Cette modification ne dénaturerait pas la fonction première de la barre d'attache, c'est-à-dire la résistance mécanique de l'ancre. Du point de vue de la puissance consommée, la variation serait mineure puisque l'essentiel de l'énergie est consommé dans l'entrefer. Cependant, l'ancre n'est pas un agitateur très efficace, et ce changement ne le rendrait pas beaucoup plus efficace. Et il ne pourrait avoir une influence qu'à vitesse élevée alors que les ancres sont typiquement utilisées à de faibles vitesses.

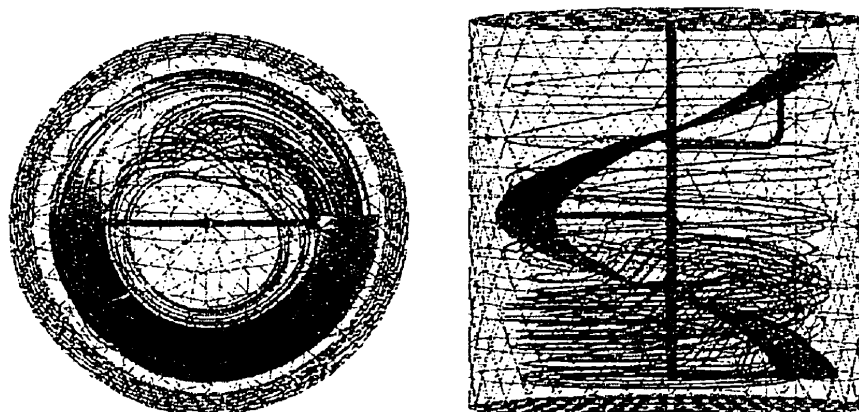
Avec le fluide loi de puissance, on peut voir un basculement des trajectoires fermées. On rencontre ce genre de comportement dès lors que les forces d'inertie sont grandes (voir par exemple [Coulson 1990]). Aux grandes vitesses, le fluide rhéofluidifiant étant moins visqueux que le fluide newtonien, les forces d'inertie sont plus grandes. C'est la raison pour laquelle on observe cette différence entre le fluide newtonien et le fluide loi de puissance. Cette différence



Positions initiales

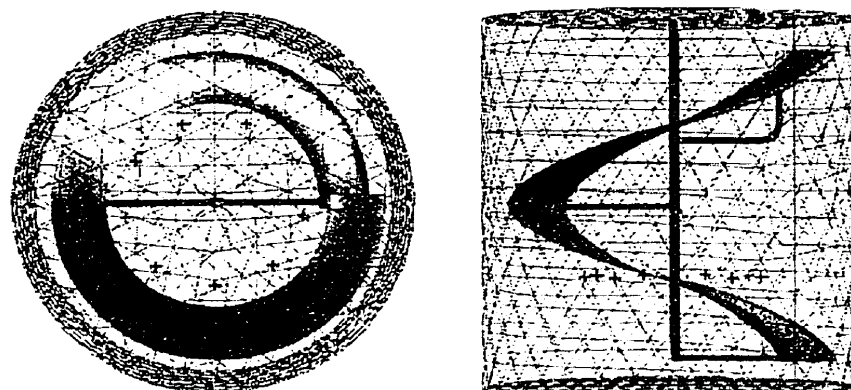


Fluide newtonien

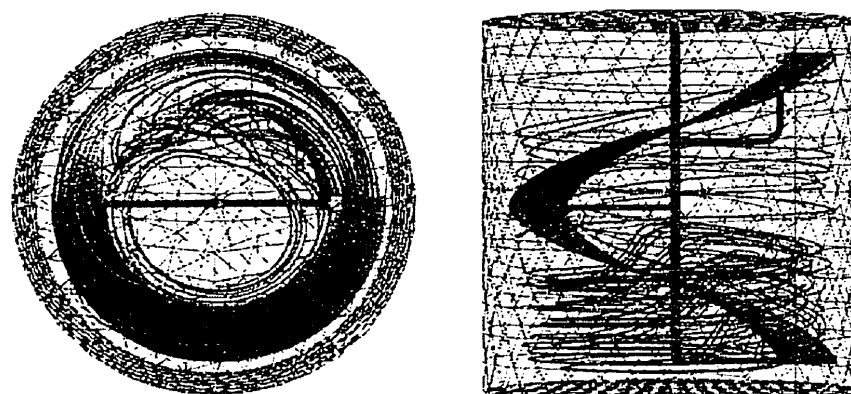


Fluide de comportement Bingham

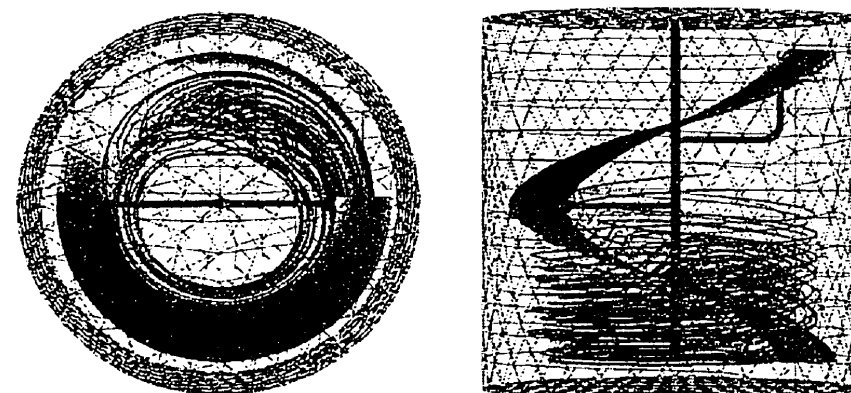
Figure 4.37 : Influence du seuil sur les trajectoires,  $n=1$ ,  $N=10$  rpm, ruban



Positions initiales

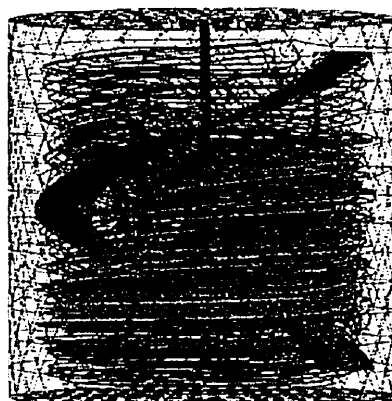
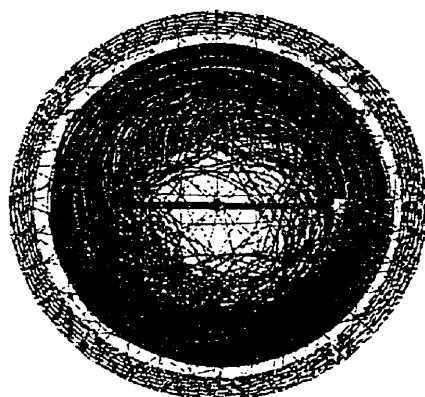


Fluide de comportement loi de puissance

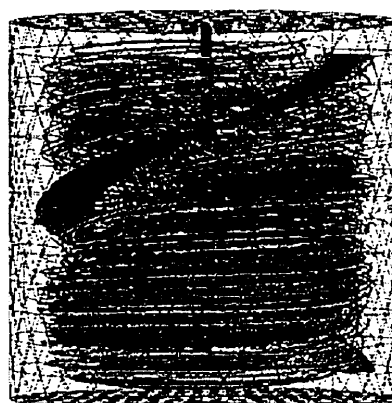
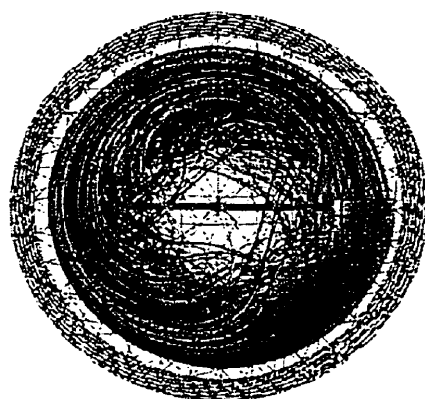


Fluide de comportement Herschel-Bulkley

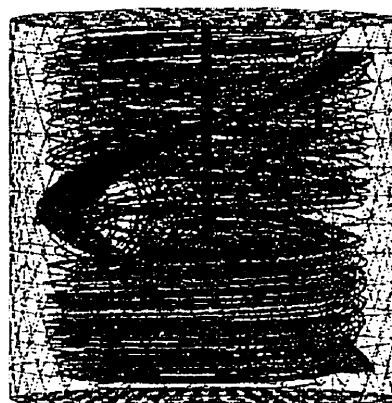
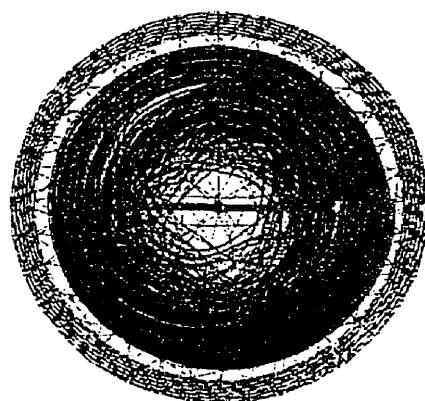
Figure 4.38 : Influence du seuil,  $n=0,46$ ,  $N=10 \text{ rpm}$ , ruban



Fluide de comportement newtonien (seuil = 0 Pa)

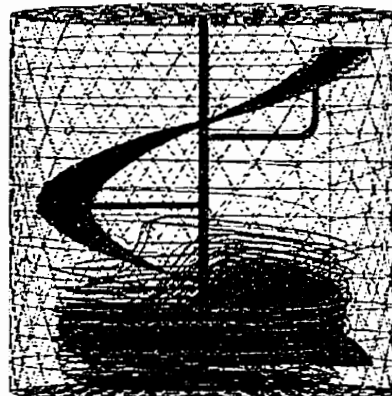
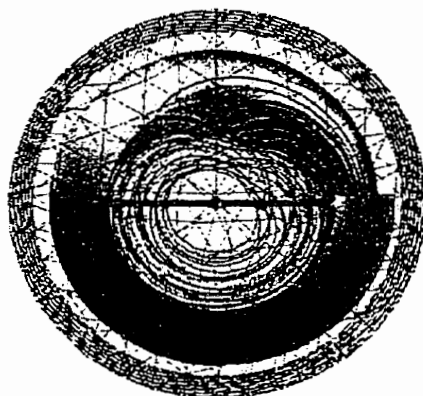


Fluide de comportement Bingham (seuil = 41 Pa)

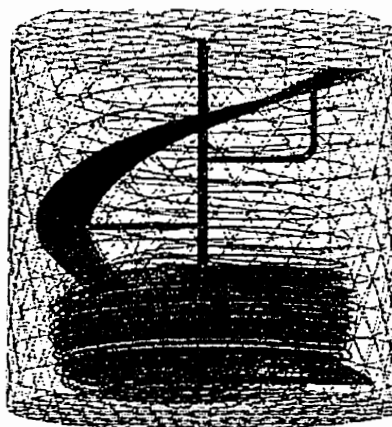
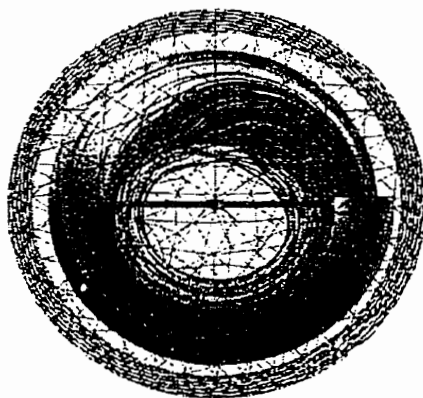


Fluide de comportement Bingham (seuil = 410 Pa)

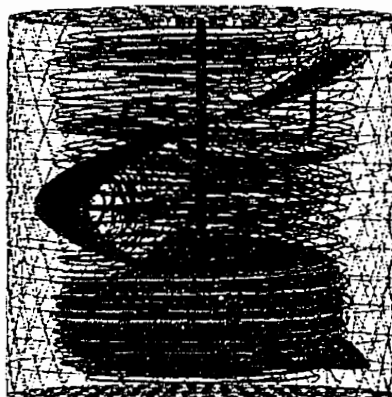
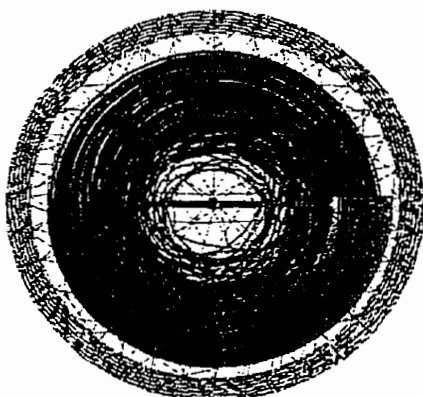
Figure 4.39 : Influence du seuil,  $N = 100 \text{ rpm}$ , ruban,  $n=1$



Fluide de comportement loi de puissance (seuil = 0 Pa)



Fluide de comportement Herschel-Bulkley (seuil = 41 Pa)



Fluide de comportement Herschel-Bulkley (seuil = 410 Pa)

Figure 4.40 : Influence du seuil,  $N=100$  rpm, ruban,  $n=0,46$



n'a toutefois que peu d'influence sur les trajectoires dans le repère eulérien (agitateur mobile). Les différences sont plus nettes entre le fluide newtonien et le fluide loi puissance qu'entre ce dernier et le fluide à seuil. Ce comportement est logique puisque plus la vitesse augmente et moins l'effet du seuil se fait ressentir : le nombre d'Herschel-Bulkley diminue ou en d'autres termes, le rapport contrainte critique / contrainte visqueuse diminue.

#### 4.IV.1.2 ) Ruban :

Les trajectoires sont également présentées avec le ruban comme agitateur. Seules deux vitesses sont étudiées pour cet agitateur ( $N=10$  rpm et  $N=100$  rpm). A cette première vitesse, 10 rpm, l'influence du seuil d'écoulement est évaluée lorsque  $n=1$  (Figure 4.37) et  $n=0,46$  (Figure 4.38). Remarquons tout d'abord que le pompage engendré par le ruban hélicoïdal est nettement supérieur à celui engendré par l'ancre, les particules atteignant facilement le haut de la cuve. Dans les deux cas ( $n=1$  et  $n=0,46$ ), le seuil limite ce pompage tout comme le comportement rhéofluidifiant. Le pompage axial est en effet moindre avec un fluide loi de puissance ou un fluide Herschel-Bulkley qu'avec un fluide newtonien ou un fluide de Bingham. Il n'y a pas de différence notable en ce qui concerne les vitesses radiales, les vues de dessus étant similaires.

Donc, à 10 rpm, le seuil inhibe le pompage. Tanguy et al. [Tanguy 1996b] étaient arrivés à la même conclusion avec un mélangeur planétaire. Ce même comportement a aussi été noté précédemment avec l'ancre, tout comme l'avaient fait Bertrand et al. [Bertrand 1996] avec ce même type d'agitateur.

A 100 rpm, l'influence du seuil est aussi évaluée. Cette fois les trajectoires dans le cas de deux seuils différents sont présentées sur les Figure 4.39 et Figure 4.40. Comme on l'a précisé auparavant, plus la vitesse de rotation augmente et moins l'influence du seuil se fait ressentir.

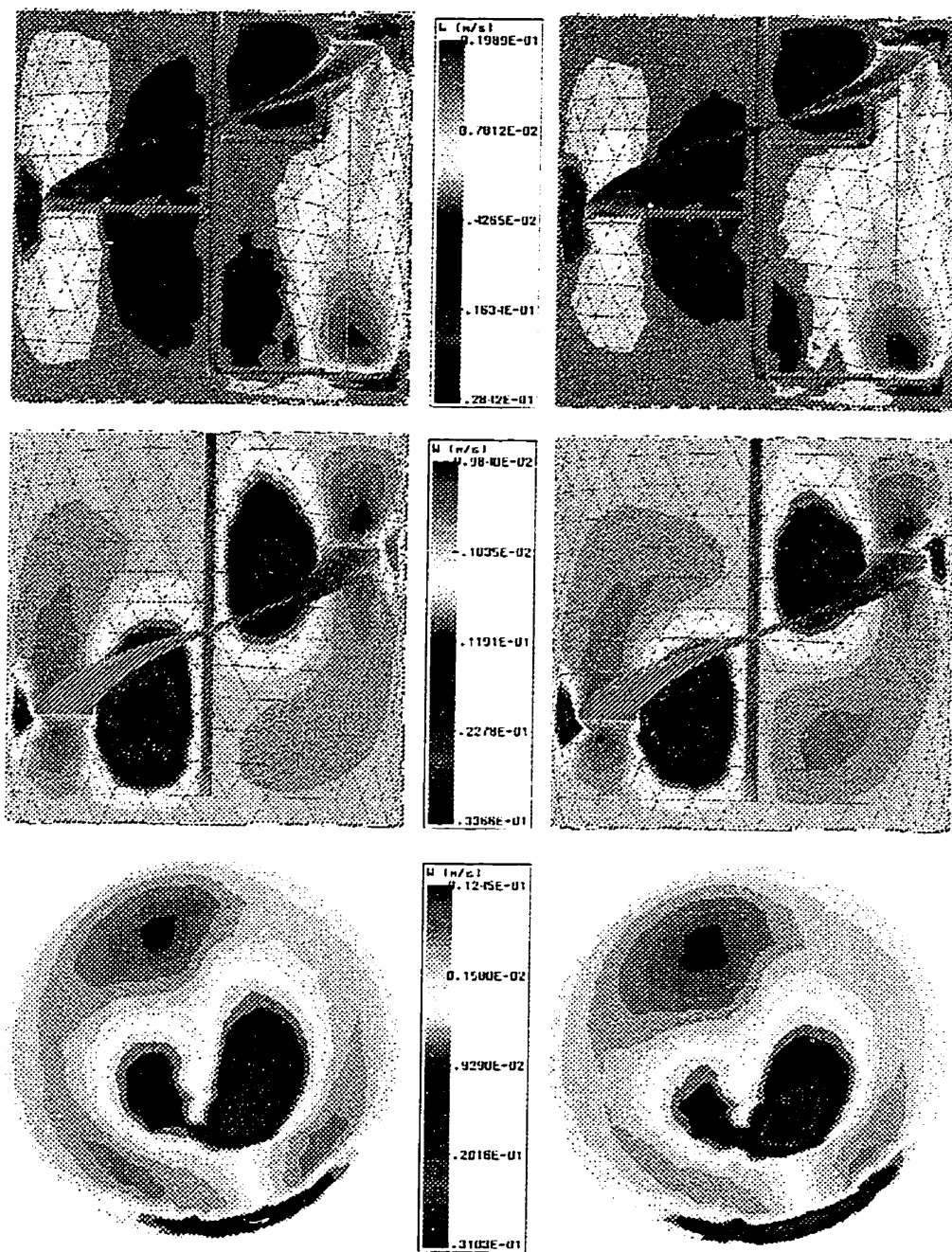
C'est la raison pour laquelle nous présentons les résultats avec  $\sigma_0=41$  Pa et  $\sigma_0=410$  Pa.

Avec l'indice de rhéofluidifiante  $n=1$ , l'influence du seuil est négligeable. On ne peut distinguer les trajectoires pour un seuil nul, de 41 Pa ou de 410 Pa. A 100 rpm et avec un seuil de 410 Pa, le nombre d'Herschel-Bulkley vaut  $HB=18,5$ . A 10 rpm et avec un seuil de 41 Pa, il vaut aussi 18,5. Si ce nombre adimensionnel était valable les figures du bas des Figure 4.39 et Figure 4.37 devraient être identiques. Il n'en est rien car les trajectoires sont présentées pour une même durée. Mais pour un même nombre de tours, les deux figures (non montrées ici) sont presque identiques. Le nombre d'Herschel-Bulkley semble donc bien représentatif de l'influence du seuil sur l'agitation.

Contrairement à  $n=1$ , à  $n=0,46$  par contre les différences sont nettes. La comparaison des Figure 4.39 et Figure 4.40 montre que la rhéofluidifiante limite la capacité de pompage du ruban. Et contrairement à ce qu'on a vu précédemment, le seuil à cette vitesse favorise le pompage. Si ce comportement n'est présenté que dans un cas particulier de trajectoires, il s'est avéré reproductible pour différentes positions initiales. Donc, à 10 rpm, plus le seuil augmente, moins bon est le mélange, alors qu'à 100 rpm, plus le seuil est grand, meilleur est le mélange.

Dans la mesure où ce phénomène est inhabituel, nous allons analyser plus en profondeur les résultats précédents. Les vitesses axiales des Figure 4.41 et Figure 4.42 le permettent. La Figure 4.41 compare les vitesses axiales à  $N=10$  rpm dans le cas du fluide loi de puissance (colonne de gauche) et dans celui du fluide d'Herschel-Bulkley (colonne de droite). En haut se trouve une coupe suivant le plan  $yz$  à  $x=0$ , au milieu suivant le plan  $xz$  à  $y=0$  donc perpendiculaire au précédent, et en bas une coupe suivant le plan  $xy$  à  $z=0,1$ .

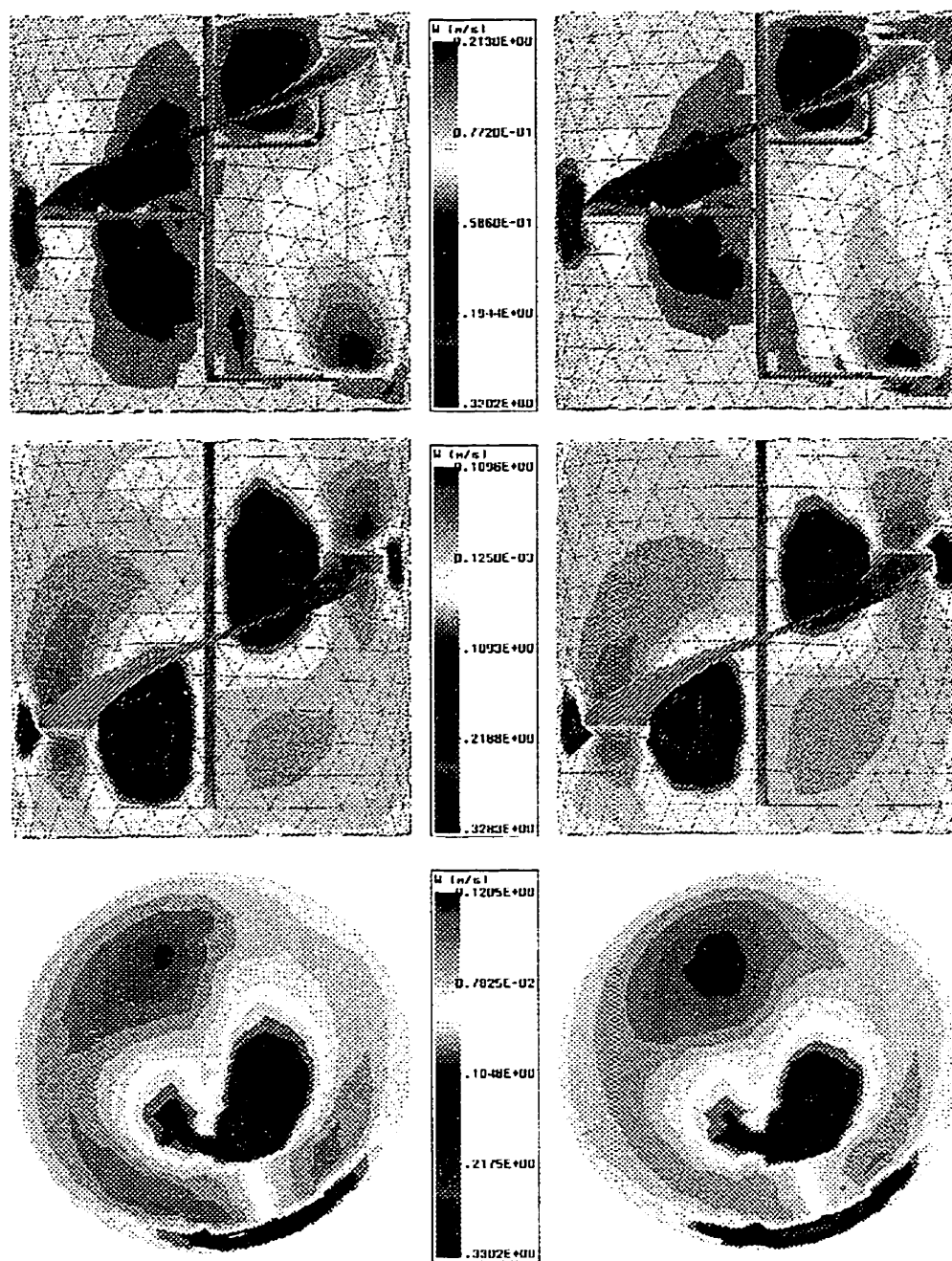
On voit nettement sur ces figures le fonctionnement global du ruban : le fluide est entraîné vers le haut par la lame du ruban et il redescend au centre ainsi que sur les bords extérieurs. Mais différencier le fluide loi de puissance du fluide à seuil s'avère plus délicat, et ce, peu



Loi de puissance

Herschel Bulkley

Figure 4.41 : Vitesses axiales, ruban,  $N=10 \text{ rpm}$



Herschel Bulkley (seuil = 41 Pa)

Herschel Bulkley (seuil = 410 Pa)

Figure 4.42 : Vitesses axiales, ruban,  $N=100$  rpm

importe la perspective d'observation.

A 100 rpm (Figure 4.42), les coupes sont choisies de la même façon qu'à 10 rpm mais on compare cette fois les vitesses dans le cas du fluide d'Herschel-Bulkley avec un seuil de 41 Pa et un seuil de 410 Pa. A première vue, les vitesses sont celles de la Figure 4.41 à un facteur multiplicatif 10 près, ce qui est normal puisqu'on se trouve dans le régime laminaire. Les vitesses axiales sont très légèrement supérieures avec le seuil élevé (sur la coupe xy du bas en particulier) mais sans que la différence ne soit clairement apparente.

Il apparaît donc que les conclusions originales obtenues avec les trajectoires ne peuvent être rejetées ; elles sont cependant loin d'être aussi nettes. Et d'un point de vue pratique, la tendance ne doit avoir que peu d'importance (on ne simule que pendant une minute). On peut toutefois essayer d'expliquer nos conclusions, à 10 rpm, le seuil limite le pompage, à 100 rpm il le favorise.

On pourrait dans un premier temps faire intervenir la puissance. Si la vitesse reste constante dans nos comparaisons, la puissance par contre évolue avec la rhéologie. A 100 rpm, plus le seuil augmente et meilleur est le pompage, mais plus importante est la consommation de puissance. En d'autres termes plus la puissance augmente, meilleur est le pompage. Malheureusement, on a la tendance inverse à 10 rpm : plus le seuil augmente, plus la puissance consommée augmente, mais plus le pompage diminue.

Aucun raisonnement à partir de grandeurs macroscopiques ne permet d'expliquer le phénomène contradictoire rencontré et nous n'avons pas trouvé d'explication satisfaisante. Il doit y avoir deux mécanismes opposés, l'un inhibant le pompage, l'autre le favorisant, ce dernier ne surpassant le premier que lorsque les phénomènes inertiels commencent à se faire sentir. En effet, à 100 rpm, on se trouve à la limite du régime laminaire et du régime transitoire.

D'autres essais (différents vitesses et paramètres rhéologiques) ainsi qu'une vérification

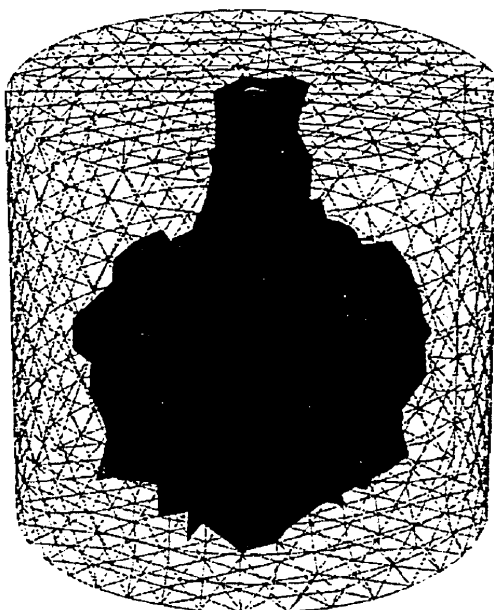
expérimentale pourraient être intéressants à mener. Il faudrait d'autre part quantifier le pompage (débit de pompage par exemple) pour s'assurer que le phénomène est bien réel.

#### 4.IV.2) Cavernes et zones solides :

Nous l'avons vu dans le deuxième chapitre consacré à la bibliographie, les chercheurs confrontés au mélange de fluides à seuil se sont focalisés sur les cavernes, en particulier avec les turbines. On va s'arrêter sur ce phénomène dans ce paragraphe en commençant par la turbine, puis l'ancre et enfin le ruban.

##### 4.IV.2.1) Turbine :

Expérimentalement, Elson et al. [Elson 1986, 1988 et 1990] ont montré que le diamètre de la caverne était égal au diamètre de la turbine en régime laminaire, et ce peu importe le seuil considéré. La Figure 4.43 montre une caverne (voir 3.IV.4) dans les conditions suivantes :  $N=10$  rpm et  $\sigma = 1 + \dot{\gamma}^{0.8}$ , soit  $HB = 4,2$ .



*Figure 4.43 : Caverne avec la turbine*

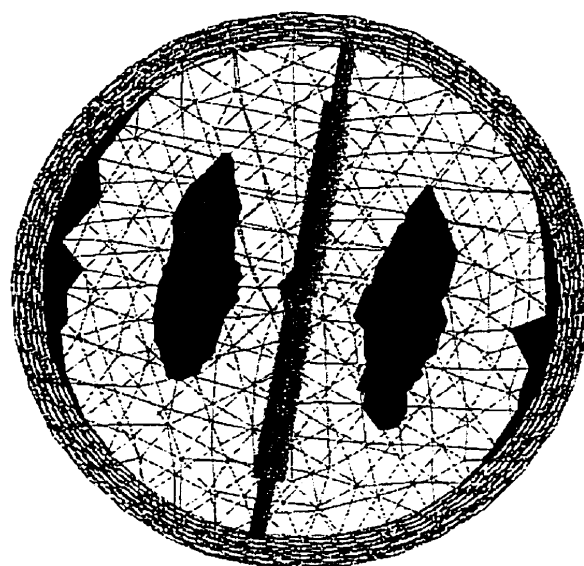
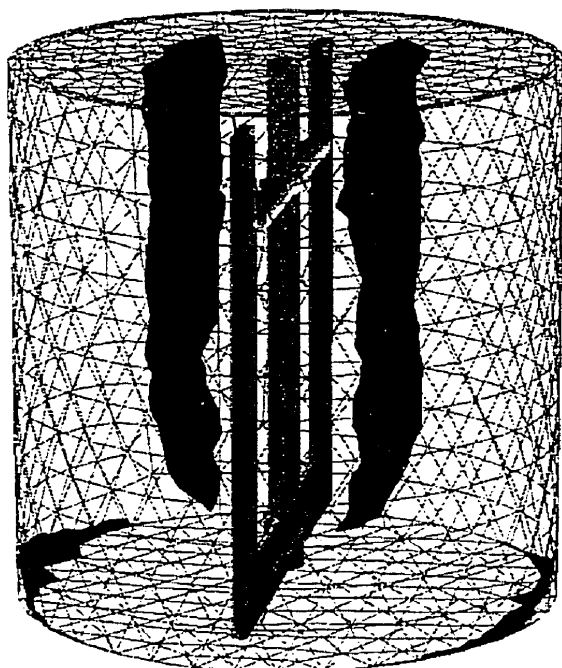
Comme nous l'avons montré dans le troisième chapitre (voir 3.IV.4) une étude quantitative est délicate. Même si la cavité a une forme habituelle, son diamètre est ici plus important que le diamètre de la turbine. Des résultats préliminaires ont montré que cette taille de cavité variait avec le seuil en régime laminaire, contrairement aux résultats expérimentaux d'Elson et al. Toutefois, une étude plus poussée de ce phénomène ne serait pas très utile. Les turbines ne sont que très rarement utilisées en régime laminaire, il vaut mieux choisir des agitateurs de type raclant si les fluides sont visqueux. C'est ce qu'on étudie dans les deux paragraphes suivants.

#### 4.IV.2.2) Ancre :

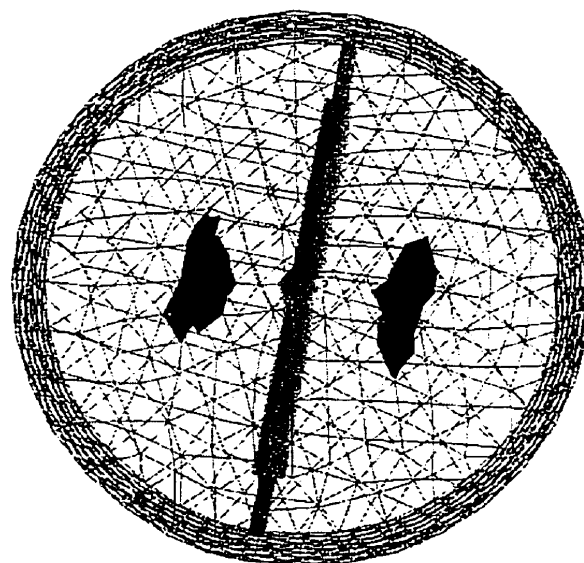
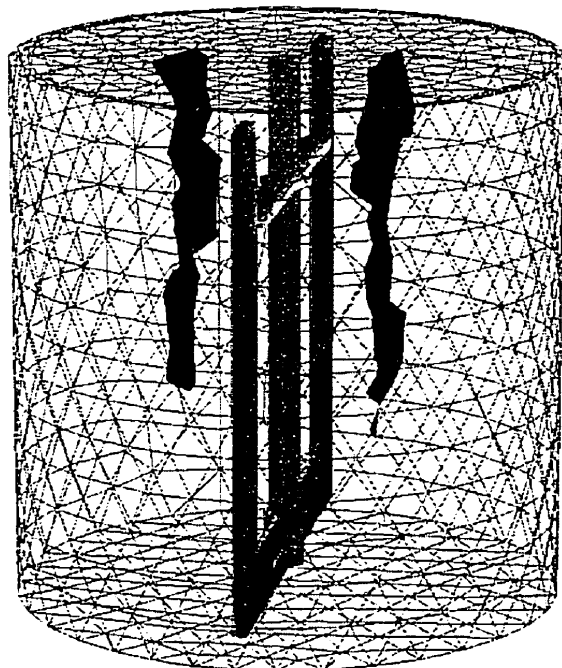
Avec l'ancre, les zones solides avec le fluide d'Herschel-Bulkley ( $\sigma = 41 + 13,3\dot{\gamma}^{0,46}$ ) sont telles que le montre la Figure 4.44. Elles se situent en bas de la cuve à l'opposé du bas de l'ancre et de chaque côté de l'ancre sur presque tout l'axe de la cuve. A 10 rpm, les zones solides du bas de la cuve disparaissent et celles du centre s'amenuisent considérablement. A 100 rpm, il n'y a plus de zones solides. Il ne faut pas oublier que tout comme pour les trajectoires, ces zones solides sont obtenues dans le repère lagrangien et qu'elles tournent avec l'agitateur.

#### 4.IV.2.3) Ruban :

Dans le cas du ruban hélicoïdal (Figure 4.45), les zones solides sont présentées à 100 rpm pour le fluide de Bingham ( $\sigma = 410 + 13,3\dot{\gamma}$ ) et le fluide d'Herschel-Bulkley ( $\sigma = 410 + 13,3\dot{\gamma}^{0,46}$ ). Elles ne se trouvent que sur le bord de la cuve, toujours à l'opposé du ruban. Les zones solides sont plus étendues avec le fluide d'Herschel-Bulkley qu'avec le fluide de Bingham, ce dont rend bien compte le nombre d'Herschel-Bulkley puisqu'il vaut 24,4 dans le premier cas et 18,5 dans le deuxième. A 100 rpm, il n'y a pas de zone solide avec  $\sigma_0 = 41$  Pa que ce soit avec le fluide de Bingham (HB=1,85) ou le fluide d'Herschel-Bulkley (HB=2,44).



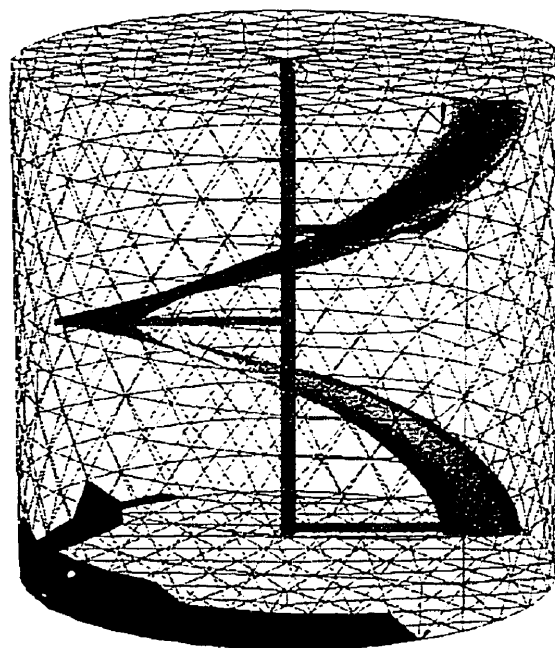
$N = 3 \text{ rpm}$



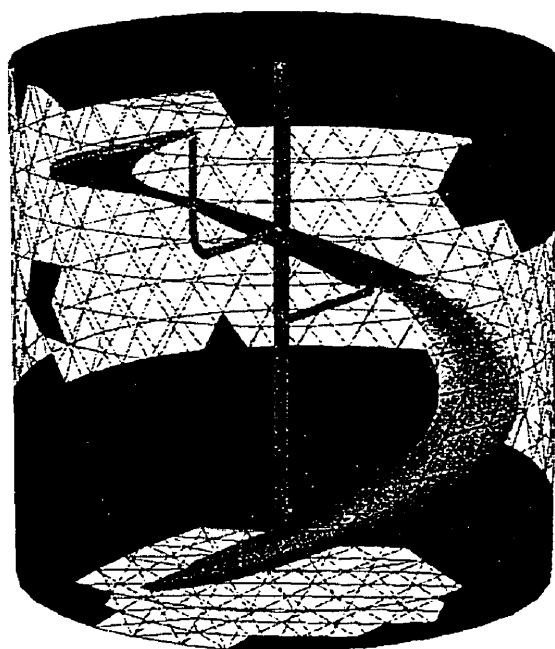
$N = 10 \text{ rpm}$

*Figure 4.44 : Zones solides avec l'ancre,  $N=3$  et  $10 \text{ rpm}$*

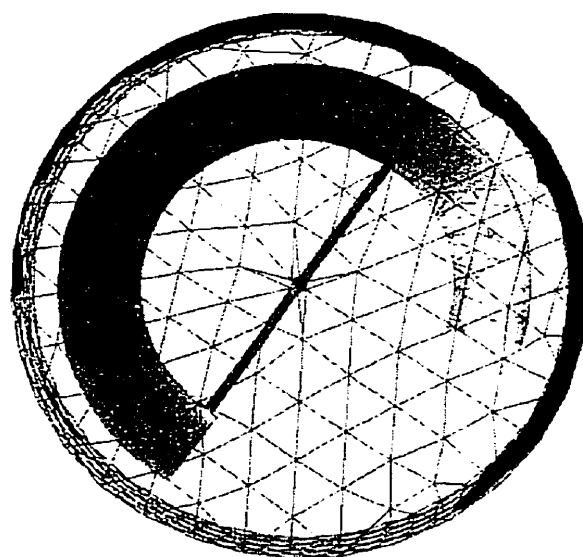




Bingham



Herschel-Bulkley (vue de face)



Herschel-Bulkley (partie arrière cachée)

Figure 4.45 : Zones solides, ruban,  $N = 100 \text{ rpm}$ , seuil = 410 Pa

Là encore la distinction repère lagrangien/eulérien est primordiale pour juger de l'importance de ces zones solides. Avec la turbine, le fluide hors de la caverne (au moins macroscopiquement) est toujours solide alors que le fluide des zones solides avec le ruban n'est pas toujours solide. En effet, la zone solide (proche des parois) tourne avec l'agitateur alors que le fluide présent dans ces zones ne tourne pas à la vitesse de l'agitateur, il est même presque sans vitesse. Le fluide passe donc successivement de l'état fluide à l'état solide avec le passage du ruban. L'influence réelle de cette zone solide est donc bien mince.

Ce résultat concorde bien avec ceux de puissance d'agitation : le  $k_s$  est peu modifié avec le passage du fluide loi de puissance au fluide d'Herschel-Bulkley. Et en effet, si la zone solide est mince ou inexistante, le fluide d'Herschel-Bulkley n'est rien d'autre qu'un fluide loi de puissance.

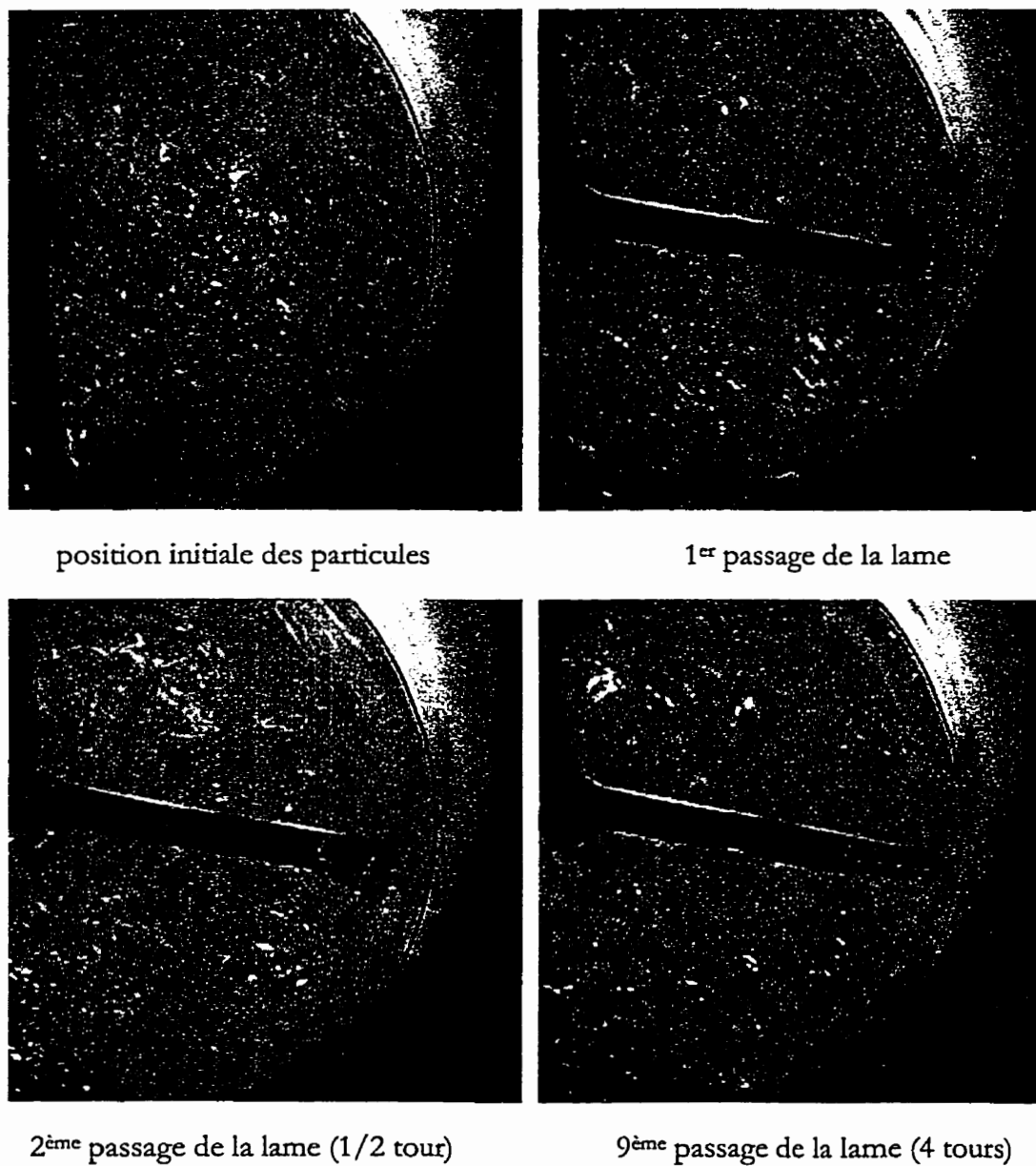
Contrairement à l'agitation avec une turbine, l'agitation de fluides à seuil avec des agitateurs de type raclant comme une ancre ou un ruban hélicoïdal ne pose donc pas de problème particulier selon nos résultats numériques.

Nous allons réexaminer cette conclusion au vu d'observations expérimentales dans le paragraphe suivant.

#### 4.IV.3) Observations expérimentales :

Ce paragraphe repose sur une série de vues présentées de la Figure 4.46 à la Figure 4.48. Avec l'ancre, des petites billes noires (Polystyrène, diamètre environ 1 mm) sont placées dans la cuve à moitié remplie de solution de Carbopol à 1,5%. Les billes sont affleurantes. La cuve n'étant pas complètement remplie, on aperçoit la barre d'attache de l'ancre. L'agitation est alors filmée (caméra CCD Hitachi DSP VK-C370 placée à la verticale) et les positions des billes sont

présentées après un certain nombre de passages de la lame à  $N=3$  rpm (Figure 4.46) et  $N=22$  rpm (Figure 4.47). Les images ont été acquises à partir du logiciel Visilog (version 4.1.5, société Noesis). Le trait noir représentant le bord supérieur droit de la cuve a été dessiné postérieurement.



*Figure 4.46 : Phénomène de cassure avec l'ancre,  $N=3$  rpm*

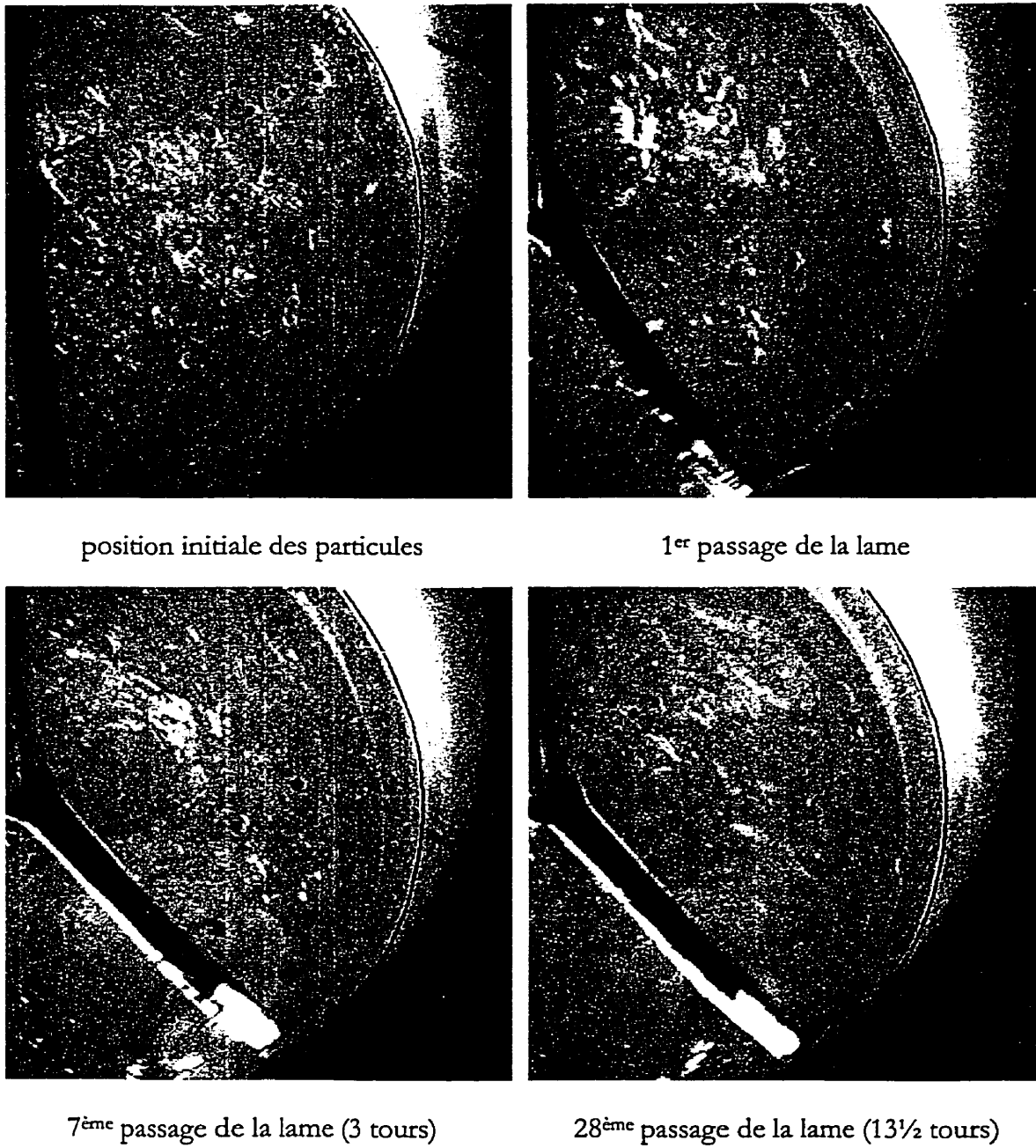


Figure 4.47 : Phénomène de cassure avec l'ancre,  $N=22$  rpm

A ces vitesses, les vitesses axiales avec un ruban sont très faibles, le mouvement à la surface est donc très proche du mouvement à cette hauteur lorsque la cuve est entièrement remplie.

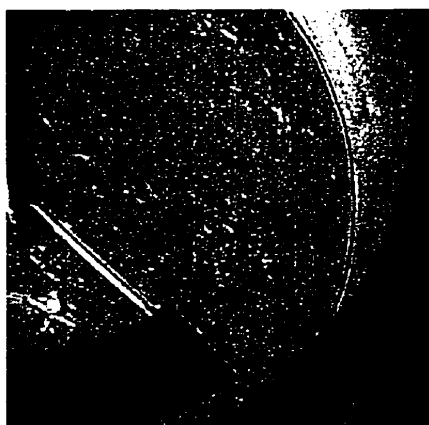
Qu'observe-t-on ? A 3 rpm (sens horaire), après le premier passage de la lame, toutes les billes sont déplacées, en particulier celle se trouvant devant la lame. Après un deuxième passage, les billes ont a nouveau avancé mais celle du bord n'a apparemment pas bougé. Après 9 passages (soit 4 tours) cette dernière se trouve toujours à la même position.

A  $N=22$  rpm (sens horaire) (Figure 4.47), les commentaires sont semblables. Si après le premier passage de la lame, toutes les billes ont bougé, celle du bord semble immobile après 3 et 13,5 tours.

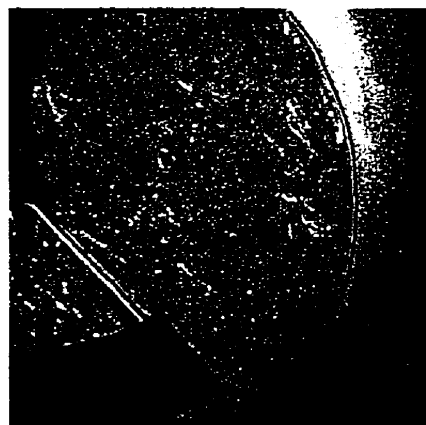
Cette bille est en effet immobile, sa position est la même peu importe le nombre de tours. Il faut relier cette observation à celle de la présence d'un cercle concentrique au bord de la cuve. Ce cercle est visible à 3 rpm mais surtout à 22 rpm sur les deux vues du bas. Il s'agit là d'un phénomène déjà évoqué avec le rhéologie du Carbopol : il y a cassure et glissement, c'est-à-dire discontinuité des vitesses (voir Figure 4.19).

Ce phénomène est à rapprocher de celui des zones solides : il n'y a aucun échange entre le bord de la cuve et l'intérieur et le fluide dans cette zone est bien solide. Mais il faut le différencier car il y a discontinuité des vitesses à l'interface zone solide/zone fluide. C'est pourquoi on ne peut simuler un tel comportement avec un modèle de type Bingham ou Herschel-Bulkley. Dans ce cas, il y a toujours continuité.

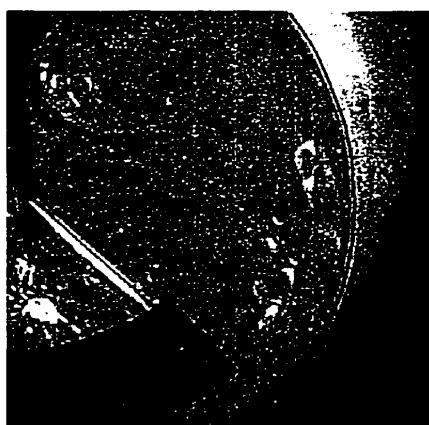
Avec le ruban hélicoïdal, le même phénomène se reproduit apparemment, que ce soit à 3 ou 22 rpm (Figure 4.48). Le cercle concentrique délimitant les deux zones est nettement visible. Il faut toutefois se méfier car le comportement est en fait différent. Contrairement au cas de l'ancre, il y échange entre les deux zones. En effet, comme on l'a noté avec les coupes de vitesses axiales (Figure 4.41), le fluide monte dans la cuve en accompagnant la lame du ruban.



position initiale,  $N=3$  rpm



position initiale,  $N=22$  rpm



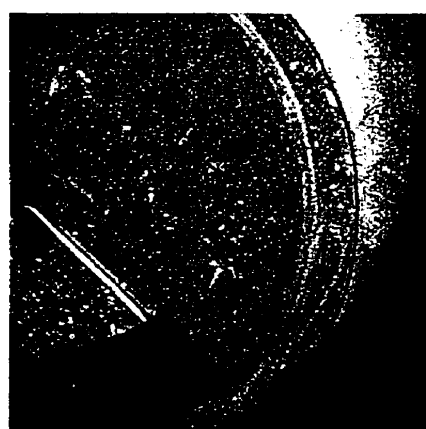
après 1 tour,  $N=3$  rpm



après 1 tour,  $N=22$  rpm



après 3 tours,  $N=3$  rpm



après 3 tours,  $N=22$  rpm

*Figure 4.48 : Phénomène de cassure avec le ruban,  $N=3$  rpm et  $N=22$  rpm*

Il redescend sur les côtés de cette lame aussi bien vers le centre que vers la paroi de la cuve. L'hypothèse que l'on a formulée avec l'ancre (vitesse axiale négligeable) n'est pas valable avec un ruban hélicoïdal. Ainsi et cela n'apparaît pas sur la Figure 4.48, la zone pariétale contient de plus en plus de fluide et grandit au fur et à mesure que la lame du ruban passe. Dans le cas du ruban, il y a aussi cassure mais également échange entre les deux zones.

Nous ferons trois commentaires à propos de cette cassure :

- ♦ Ce phénomène met clairement en avant les précautions qu'on doit prendre lors de l'analyse de résultats numériques seuls. Des observations expérimentales sont la plupart du temps nécessaires pour analyser correctement une situation.
- ♦ Toutes les études concernant les cavernes ont été réalisées avec des solutions de Carbopol. Dans la majeure partie des cas la concentration des solutions étudiées est inférieure à 1,5% et le phénomène de cassure est moins susceptible de survenir. Il n'a toutefois jamais été mis en avant. Notons que dans notre cas, avec une concentration de 0,5%, nous n'avons pas vu se former les zones solides pariétales.
- ♦ Enfin, et c'est le commentaire le plus important, cette cassure est l'explication à nos résultats aberrants de puissance mesurée obtenus avec la solution de Carbopol à 1,5%. Le volume de fluide agité étant beaucoup plus restreint que le volume théorique, la puissance réelle est inférieure à la puissance prédite. Qui plus est, l'entrefer est une région dévoreuse d'énergie. Comme nous l'avons vu dans le paragraphe consacré aux vitesses de cisaillement, le cisaillement y est en effet très élevé. A cause de la cassure, ces cisaillements ne sont pas présents. Il en résulte une diminution de puissance encore plus importante que celle simplement explicable par la restriction du volume de fluide agité.

#### 4.V. CONCLUSION

Nous sommes maintenant arrivés au terme de cette étude, et il est essentiel d'en faire le bilan.

Du point de vue numérique, deux modules pour le traitement de fluides thixotropes ont été implantés dans le code de calcul Poly3D™, cette implantation ayant bien entendu été validée. L'étude du traitement des zones solides a été abordée. On a montré que la technique actuelle n'était pas suffisante, même si son intérêt est évident. Quelques pistes ont été suggérées pour l'étudier plus à fond.

En ce qui concerne la consommation de puissance, l'approche de Bertrand et al. similaire à celle de Rieger et Novák mais pour des fluides de Bingham a été étendue à des fluides de type Herschel-Bulkley et à des fluides thixotropes. Il a aussi été établi qu'au moins théoriquement, on pouvait tirer profit d'expériences d'agitation avec un seul fluide d'Herschel-Bulkley pour déterminer à la fois  $K_p$  et  $k_s$ , grandeurs caractéristiques d'un agitateur.

Les résultats numériques et expérimentaux de puissance consommée ont été consciencieusement validés à partir du système de référence qu'est le système Couette. Cette validation a été l'occasion de mettre en évidence le fait qu'il était préférable pour notre étude d'utiliser des maillages raffinés d'éléments de type  $P_1^+-P_0$  plutôt que des maillages moins raffinés d'éléments de type  $P_2^+-P_1$ .

Les mesures expérimentales, les résultats numériques et les valeurs prédites par le modèle ont montré une excellente concordance tant pour les fluides newtoniens que pour les fluides de type loi de puissance ou de type Herschel-Bulkley. Ils ont permis d'établir que dans tous les cas étudiés  $k_s$  était à peu près constant, mais surtout que les variations de  $k_s$  étaient



insignifiantes au regard de la prédiction de consommation de puissance et de celle des vitesses de cisaillement. Sur ce dernier point, il a été établi que les vitesses de cisaillement dans la cuve étaient telles que la vitesse de cisaillement moyenne ne pouvait en rendre compte. Pour des agitateurs raclants, cette vitesse de cisaillement moyenne a été reliée à la vitesse de cisaillement maximale par une simple loi valide en régime laminaire. On a aussi montré que les vitesses de cisaillement étaient bien proportionnelles à la vitesse de rotation et que les paramètres rhéologiques influaient peu sur ces vitesses.

Pour la première fois, des simulations d'agitation de fluides thixotropes ont été réalisées. Les résultats numériques de puissance évoluant avec le temps ont été tout à fait similaires à ceux prédits par le modèle. Ces prédictions se sont toutefois révélées sensibles à la valeur du  $k_s$ .

Dans tous les cas, l'utilisation du nombre de Reynolds généralisé a été jugée préférable à celle du nombre de Reynolds découlant de la méthode de Rieger et Novák ( $Re_{ip}$  ou  $Re_{hb}$ ).

L'étude numérique des profils d'écoulement avec des fluides à seuil a montré que l'agitation de ce type de fluide n'entraînait pas de problèmes particuliers, dès lors que l'agitateur était de type raclant. Il semblerait toutefois qu'avec une ancre, le seuil inhibe le pompage, alors qu'avec le ruban hélicoïdal, le seuil limite le pompage à 10 rpm tandis qu'il le favorise à 100 rpm. Cette dernière constatation mériterait d'être confirmée. Des zones solides existant lors de l'agitation des fluides à seuil avec une ancre ou un ruban ont été déterminées. L'existence de ces zones a cependant relativement peu de conséquences sur l'efficacité des mélangeurs. Avec cette étude, on a aussi montré que le nombre d'Herschel-Bulkley était représentatif de l'influence du seuil d'agitation. Parallèlement à ces résultats numériques, des observations expérimentales ont permis d'expliquer certaines mesures de puissance aberrantes : le fluide à seuil étudié est susceptible de se casser et de connaître des phénomènes de glissement, ce que l'étude

numérique ne permet pas de déceler.

Enfin, afin de différencier les procédés devant tenir compte ou ne devant pas tenir compte de la thixotropie, un nouveau nombre adimensionnel a été proposé, le nombre de Deborah thixotrope. Une étude spécifique à son utilisation pourrait lui être consacrée.

# RÉFÉRENCES

- AGASSANT, J.F., AVENAS, P., SERGENT, J.Ph. et CARREAU P.J. (1991). Polymer Processing: principles & modeling, ed. Hanser Publishers.
- ALESSANDRINI, A., LAPASIN, R. et STURZI, F. (1982). The kinetics of thixotropic behaviour in clay / kaolin aqueous suspensions, Chemical Engineering Communications, vol.17, 13-22.
- AREF, H. (1984). Stirring by chaotic advection, Journal of Fluid Mechanics, vol. 143, 1-21
- ASTARITA, G. (1990). The engineering reality of the yield stress, Journal of Rheology, vol.34 (2), 275-277 (d'après Elson 1990).
- ATZENI, C., MASSIDA, L. et SANNA, U. (1986). Model for the Thixotropic Behavior of Cement Pastes, Industrial & Engineering Chemistry Product Research & Development.
- BAKKER, A. et GATES, L.E. (décembre 1995). Properly Choose Mechanical Agitators for Viscous Liquids, Chemical Engineering Progress, 25-34.
- BARAVIAN, C. et QUEMADA, D. (septembre 1995). Une méthode d'analyse de la thixotropie des fluides complexes. Application aux fluides alimentaires, Cahiers de Rhéologie, vol. 14, n°1, 117-126.
- BARNES, H.A et WALTERS, K. (1985). The yield stress myth ?, Rheologica Acta, vol.24, 323-326 (d'après Elson 1990).
- BARNES, H.A. (1997). Thixotropy – a review, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol.70, 1-33.
- BAUER, W.H. et COLLINS, E.A. (1967). Thixotropy and Dilatancy, in Rheology : theory and application, ed. F.R. Eirich, vol. 4, 423-459.
- BECKNER, J.L. et SMITH, J.M. (1966). Anchor Agitated Systems : Power Input with Newtonian and Pseudo-Plastic Fluids, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.44, 224-236.
- BENNINGTON, C.P.J., KERESKES, R.J. et GRACE, J.R. (octobre 1990). The Yield Stress of

Fibre Suspensions, The Canadian Journal of Chemical Engineering, vol.68, 748-757.

BERTRAND, F. (1995). Modélisation tridimensionnelle du procédé de malaxage à mouvement planétaire de fluides visqueux rhéologiquement complexes, Thèse de Doctorat de l'I.N.P.L.

BERTRAND, F., TANGUY, P.A. et BRITO DE LA FUENTE, E. (1996). A new perspective for the mixing of yield stress fluids with anchor impellers, Journal of Chemical Engineering of Japan, vol.29 n°1, 51-58.

BERTRAND, F., TANGUY, P.A. et THIBAUT, F. (1997). A Three-Dimensional Fictitious Domain Method For Incompressible Fluid Flow Problems, International Journal for Numerical Methods in Fluids, vol.25, 719-736.

BINGHAM, E.C. (1922). Fluidity and Plasticity, MacGraw-Hill (d'après Carreau 1995)

BIRD, R.B., STEWART, W.E. et LIGHTFOOT, E.N. (1960). Transport Phenomena, ed. John Wiley and Sons.

BLAYO, A., GANDINI, A. et LE NEST, J.F. (1994). Etude du comportement thixotrope d'une encre d'imprimerie, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 278-287.

BONGENAAR, J.J.T.M., KOSSEN, N.W.F., METZ, B. et MEIJBOOM, F.W. (1973). Biotechnology and Bioengineering, vol.15, 201 (d'après Kemblowski 1986).

BRETON, V., KOROLCZUK, J., DOUBLIER, J.L. et MAINGONNAT, J.F. (octobre 1994). Comportement thixotrope de suspensions d'amidon de maïs soumises à un traitement thermique, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 215-221.

BRETON-DOLLET, V., KOROLCZUK, J., DOUBLIER, J.L. et MAINGONNAT, J.F. (1996). Effect of heat treatment on the thixotropic properties of maize starch pastes, Proceedings of the XII<sup>th</sup> International Congress on Rheology, Québec, 781-782.

BRITO-DE LA FUENTE, E., LEULIET, J.C., CHOPLIN, L. et TANGUY, P.A. (1992). On the Effect of Shear-Thinning Behavior on Mixing with a Helical Ribbon Impeller, AIChE Symposium Series, 28-32.

BRITO-DE LA FUENTE, E., NAVA, J.A., MEDINA, L., ASCANIO, G. et TANGUY, P.A.

(1996). On the use of helical-ribbon based-viscometry for the determination of flow curves, 12<sup>ème</sup> Congrès International de Rhéologie, Québec, 18-23 août.

CALDERBANK, P.H. et MOO-YOUNG, M.B. (1961). The Power Characteristics of Agitators for the Mixing of Newtonian and Non-Newtonian Liquids, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.39, 337-347.

CARREAU, P.J. et LAVOIE, P.A. (1993 a). Rheology of coating colors : a rheologist point of view, TAPPI Advance Coating Fundamentals Symposium.

CARREAU, P.J., CHHABRA, R.P. et CHENG, J. (1993 b). Effect of Rheological Properties on Power Consumption with Helical Ribbon Agitators, AIChE Journal, vol.39 n°9, 1421-1430.

CARREAU, P.J., DE KEE, D. et CHHABRA, R.P. (1995). Polymer Rheology : Principles and Applications.

CASEY, J.P. (1983). Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology, 3<sup>ème</sup> édition, vol.4, éd. John Wileys and Sons.

CASSON, N. (1959). A flow equation for pigment oil suspensions of the printing ink type, in C.C. Mill, éd., Rheology of Disperse Systems, Pergamon Press (d'après Carreau 1995).

CHENG, D.C.-H. et EVANS, F. (1965). Phenomenological characterization of the rheological behaviour of inelastic reversible thixotropic and antithixotropic fluids, British Journal of Applied Physics, vol. 16, 1599-1617

CHENG, D.C.-H., RAY, D.J. et VALENTIN, F.H.H. (1965 b). The flow of thixotropic bentonite suspensions through pipes and pipe fittings, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.3, T176-T186.

CHOU, S.M. et BAIN, L.J. (1987). Rheological characteristics : keyless versus conventional lithographic newsinks, TAGA Proceedings, 371-396.

COHU, O. et MAGNIN, A. (1995). The levelling of thixotropic coatings, Progress in Organic Coatings.

COLLINS, E.A., CHEN, C.H. et PADOLEWSKI, J.P. (1992). The effect of shear on the yield

stress and relationship to the viscoelastic nature of a thixotropic sealant, Journal of Rheology, vol.36, 131-141.

COSTIL, V. et CHAPPUIS, J. (octobre 1994). Etude des phénomènes de thixotropie dans les suspensions concentrées de particules minérales, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 61-70.

COULSON, J.M., RICHARDSON, J.F., BACKHURST, J.R. et HARKER J.H. (1990). Chemical Engineering, vol. 1 (Fluid Flow, Heat Transfer & Mass Transfer), 4<sup>ème</sup> édition, éd. Pergamon Press.

DE KEE, D. et TURCOTTE, G. (1980). Chemical Engineering Communications, vol. 6, 273 (d'après Carreau 1995).

DELAPLACE, G. et LEULIET, J.-C. (1997). Prédiction des facteurs  $K_p$  et  $k_s$  pour des agitateurs à rubans hélicoïdaux traitant des fluides pseudoplastiques, Récents Progrès en Génie des Procédés, n°53 vol.11.

DORAISWAMY, D., GRENVILLE, R.K. et ETCHELLS, III A.W. (1994). Two Score Years of the Metzner-Otto Correlation, Industrial & Engineering Chemistry Research, vol.33, 2253-2258.

EDWARDS, M.F., GODFREY, J.C. et KASHANI, M.M. (1976). Power requirement for the mixing of thixotropic fluids, Journal of Non Newtonian Fluids, 309-322.

ELSON, T.P., CHEESMAN, D.J. et NIENOW, A.W. (1986). X-Ray studies of cavern sizes and mixing performance with fluids possessing a yield stress, Chemical Engineering Science, vol.41 n°10, 2555-2562.

ELSON, T.P. (1988). Mixing of fluids possessing a yield stress, 6<sup>th</sup> European Conference on Mixing, Pavia, Italy, 485-492, 24-26 mai.

ELSON, T.P. (1990). The growth of caverns formed around rotating impellers during the mixing of a yield stress fluid, Chemical Engineering Communications, vol.96, 303-319.

ESCUDIER, M.P. et PRESTI, F. (1996). Pipe flow of a thixotropic liquid, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 62, 291-306.

ETCHELLS, A.W., FORD, W.N. et SHORT, D.G.R. (1987). Mixing of Bingham plastics on an industrial scale, Fluid Mixing III, Institution of Chemical Engineers Symposium Series, n°108 (d'après Elson 1990).

FORDHAM, E.J., BITTLESTON, S.H. et AHMADI TEHRANI, M. (1991). Viscoplastic Flow in Centered Annuli, Pipes, and Slots, Industrial & Engineering Chemistry Research, vol.30, 57-524.

FORTIN, M. et GLOWINSKI, R. (1982). Résolution Numérique de Problèmes aux Limites par des Méthodes de Lagrangien Augmenté, ed. Dunod.

FREUNDLICH, H. et BIRCUMSHAW (1926). Kolloid-Zeitschrift, vol. 40, 19 (d'après Bauer 1967).

FREUNDLICH, H. et JULIUSBERGER, F. (1935). Transactions of the Faraday Society, vol.31, 920-921 (d'après Bauer 1967).

GODFREY, J.C., XUEN, T.H. et EDWARDS, M.F. (1974). Mixing of Thixotropic Fluids, First European Conference on Mixing and Centrifugal Separation, C3.33-C3.42.

GOODEVE, C.F. (1939). Transactions of the Faraday Society, vol.35, 342-358 (d'après Cheng 1965).

GREEN, H. (1949). Industrial rheology and rheological structures, éd. Wiley (d'après Midoux 1988).

HAHN, S.J., REE, T. et EYRING, H. (1959). Industrial Engineering Chemistry, vol.51, 856-857 (d'après Cheng 1965).

HALL, J.E (juin 1987). Titanium Chelates-A Novel Approach To Rheological Control in Latex Paints, Journal of Coatings Technology, vol.59 n°749, 51-62.

HARNBY, N., EDWARDS, M.F. et NIENOW, A.W. (1992). Mixing in the Process Industries, ed. Butterworth-Heinemann.

HARTNETT, J.P. et HU, R.Y.Z. (1989). The yield stress-an engineering reality, Journal of Rheology, vol.33 (4), 671-679 (d'après Elson 1990).

HERSCHEL, W.H. et BULKLEY, R. (1926). Konsistenzmessungen von Gummi-Benzollösungen, Kolloid-Zeitschrift, vol.34, 291-300 (d'après Carreau 1995).

HEYMANN, L., NOACK, E., KÄMPFE, L. et BECKMANN, B. (1996). Rheology of printing inks - some new experimental results, Proceedings of the XII<sup>th</sup> International Congress on Rheology, Québec, 451.

HIRATA, Y., NIENOW, A.W. et MOORE, I.P. (1991). LDA Studies of Velocimetry Distributions and Cavern Sizes in a Yield Stress Fluid Agitated by a Rushton Turbine, 7<sup>th</sup> European Congress on Mixing, 167-172.

HIRATA, Y. et AOSHIMA, Y. (1994). Flow characteristics and power consumption in an agitated shear-thinning plastic fluid, IchemE Symposium Series n°136, 415-422.

HIRATA, Y. et AOSHIMA, Y. (mai 1996). Formation and growth of cavern in yield stress fluids agitated under baffled and non-baffled conditions, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.74 part A, 438-444.

HOUCINE, I. (1995). Etude du mélange dans une cuve agitée de taille pilote par conductimétrie et visualisation par nappe laser couplée à un traitement d'images : application à la précipitation de l'oxalate de calcium, Thèse de Doctorat de l'I.N.P.L.

HOUŠKA, M., ZITNÝ, R. et ŠESTÁK, J (1994). Variation of Rheological properties of Liquid foodstuffs in Processing Lines, Proceedings of the fourth European Rheology Conference, Séville, 236-238.

HUILGOL, R.R. et PANIZZA, M.P. (1995). On the determination of the plug flow region in Bingham fluids through the application of variational inequalities, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol.58, 207-217.

JAWORSKI, Z., PACEK, A.W. et NIENOW, A.W. (1994). On flow close to cavern boundaries in yield stress fluids, Chemical Engineering Science, vol.49 n°19, 3321-3324.

KEMBLOWSKI, Z. et KRISTIANSEN, B. (1986). Rheometry of Fermentation Liquids, Biotechnology and Bioengineering, vol.28, 1474-1483.

KEMBLOWSKI, Z., SEK, J. et BUDZYŃSKI, P. (1988). The concept of rotational rheometer



with helical screw impeller, Rheologica Acta, vol.27, 82-91.

KHURI, A.I. et CORNELL, J.A. (1987). Response Surfaces-Designs and Analysis, ed. Marcel Dekker, New York.

KUTIK, L. (mai 1986). Structure and properties of amorphous silica gel in coatings applications, Journal of Coatings Technology, vol.58 n°736, 91-95.

LABA, D. (1993). Rheological Properties of Cosmetics and Toiletries, éd. M. Dekker.

LA FONTAINE, R.F. et SHEPERD, I.C. (1995). Measurement of Flow in a Mixing Vessel using Particle Image Velocimetry, paper presented at Mixing XV, 15<sup>th</sup> Biennial North American Mixing Conference, Banff.

LEGRAND, C. et DA COSTA, F. (1989). The effects of vibrations on the rheological behaviour of bentonite muds. Comparison with cement pastes, Materials and Structures, 133-137.

LI, T. et MANAS-ZLOCZOWER, I. (1995). Evaluation of distributive mixing efficiency in mixing equipment, Chemical Engineering Communications, vol.139, 223-231.

MAGNIN, A. et PIAU, J.M. (1990). Cone and Plate Rheometry of Yield Stress Fluids. Study of an Aqueous Gel, Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics, vol 36, 85-108.

MAGNIN, A., TOURÉ, A. et PIAU, J.M. (octobre 1994). Instabilités des Ecoulements en Capillaire d'un fluide thixotrope, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 288-295.

MAINGONNAT, J.F. et BENEZECH, T. (1992). Modélisation de la thixotropie d'une solution de carboxyméthylcellulose et de silicate d'aluminium, Entropie, n°171, 59-63.

MAINGONNAT, J.F., BENEZECH, T. et KOROLCZUK, J. (octobre 1994). Influence de la thixotropie des fluides agro-alimentaires sur les procédés de transformation, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 53-60.

MÄKINEN, M. et JÄRVENSIVU, T. (1992). The effect of mixing order of chemicals on rheological properties in a normal coating color, TAPPI Coating Conference.

METZNER, A.B. et OTTO, R. E. (mars 1957). Agitation of Non Newtonian Fluids, A.I.Ch.E. Journal, vol.3, 3-10.

MEWIS, J. (1979). Thixotropy. A general review, Journal of Non Newtonian Fluid Mechanics, 1-20.

MEWIS, J. (octobre 1994). The thixotropy approach to time dependency in rheology, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 2-9.

MIDDLETON, J.C., EDWARDS, M.F. et STEWART, I. (1994). Recommended Standard Terminology and Nomenclature for Mixing : 8<sup>th</sup> European Conference on Mixing, I.Chem.E. Symposium Series n°136, vii-xiii.

MIDOUX, N. (1988). Mécanique et Rhéologie des Fluides en Génie Chimique, Technique et Documentation- Lavoisier.

MOORE, F. (1959). Transactions of the British Ceramic Society, vol.58, 470-492 (d'après Cheng 1965).

MOORE, I.P.T., COSSOR, G. et BAKER, M.R. (1995). Velocity Distributions in a Stirred Tank Containing a Yield Stress Fluid, Chemical Engineering Science, vol. 50 n°15, 2467-2481.

NAGATA, S., NISHIKAWA, M., HIRABAYASHI, H. et GOTOH, S. (1970). Power Consumption of Mixing Impeller in Bingham Plastic Liquids, Journal of Chemical Engineering of Japan, vol.3, 237.

NAGATA, S., NISHIKAWA, M., TADA, H. et GOTOH, S. (1971). Power Consumption of Mixing Impeller in Pseudoplastic Liquids, Rheological Complexities in Paper Coating Processes : A Literature Survey, Proceedings of the fourth European Rheology Conference, Séville, 269-271.

NAGATA, S., NISHIKAWA, M., KATSUBE, T. et TAKAISHI, K. (1972). Mixing of highly Viscous Non-Newtonian liquids, International Chemical Engineering, vol.12, 175-182.

NAGATA, S. (1975). Mixing : Principles and Applications, ed. John Wiley & Sons.

PETERS, D.C. et SMITH, J.M. (1969). Mixing in Anchor Agitated Vessels, Canadian Journal of Chemical Engineering, vol.47, 268-271.

POLLARD, J. et KANTYKA, T.A. (1969). Heat Transfer to Agitated non-Newtonian Fluids, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.47, 21-27.

Poly3D (1994).

Pulp and Paper Canada (juillet 1995), vol. 96 n°7.

QUEMADA, D. (1985). Relation comportement-structure dans les dispersions concentrées, Revue Générale de Thermique, n°279, 174-193.

QUEMADA, D. (octobre 1994). "Thixo-élasticité" des fluides complexes : modélisation du fluage et de l'hystérésis mécanique, Cahiers de Rhéologie, vol.13, n°1, 2, 256-265.

RIEGER, F. et NOVÁK, V. (1973). Power Consumption of Agitators in highly Viscous Non Newtonian Liquids, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol. 51, 105-111.

ROELS, J.A, VAN DEN BERG, J. et VONCKEN, R.M. (1974). The rheology of mycelial broths, Biotechnology and Bioengineering, vol.16, 181-208.

ROUND, G.F. et YU, S. (août 1993). Entrance Laminar Flows of Viscoplastic Fluids in Concentric Annuli, The Canadian Journal of Chemical Engineering, vol.71, 642-645.

SCHALEK, E. et SZEGVARI, A. (1923). Kolloid-Zeitschrift, vol.32, 318 (d'après Bauer 1967).

SCHILO, D. (1969), Chemie Ingenieur Technik, vol.41, 253 (d'après Tanguy 1996a).

SCHRAMM, G. (1994). A Practical Approach to Rheology and Rheometry, Haake.

ŠESTÁK, J., HOUŠKA, M. et ŽITNÝ, R. (1982). Mixing of Thixotropic Fluids, Journal of Rheology, vol. 26, 459-475.

ŠESTÁK, J., ŽITNÝ, R. et HOUŠKA, M. (1986). Anchor Agitated Systems : Power Input Correlation for Pseudoplastic and Thixotropic Fluids in Equilibrium, AIChE Journal, vol. 32 n°1, 155-158.

ŠESTÁK, J., CHARLES, M.E., CAWKWELL, M.G. et HOUŠKA, M. (1987). Start-up of gelled crude oil pipelines, Journal of Pipelines, vol.6, 15-24.

SKELLAND, A.H.P. (1983). Mixing and Agitation of Non Newtonian Fluids, in Handbook of Fluids in Motion, chap. 7.

SMITH, J.M. (janvier 1990). Industrial Needs for Mixing Research, Transactions of the Institution

of Chemical Engineers, vol.68 part A, 3-6.

SOLOMON, J., ELSON, T.P., NIENOW, A.W. et PACE, G.W. (1981). Cavern sizes in agitated fluids with a yield stress, Chemical Engineering Communications, vol.11, 143-164.

Standard Test (1991). Method for Rheological Properties of Non-Newtonian Materials by Rotational (Brookfield) Viscometer, norme ASTM n°D2196.

TALBI, I., QUEMADA, D. et BARAVIAN, C. (octobre 1994). Corrections des effets liés à l'inertie du rhéomètre dans le cas des fluides visco-élastiques non linéaires, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 40-47.

TANGUY, P.A. (1994). Rheological Complexities in Paper Coating Processes : A Literature Survey, Proceedings of the fourth European Rheology Conference, Séville.

TANGUY, P., FORTIN, M. et CHOPLIN, L. (1984). Finite Element Simulation of Dip Coating, II Non-Newtonian Fluids, International Journal for Numerical Methods in Fluids, vol. 4, 459-475.

TANGUY, P.A. : THIBAULT, F. et BRITO-DE LA FUENTE, E. (1996 a). A New Investigation of the Metzner-Otto Concept for Anchor Mixing Impellers, Canadian Journal of Chemical Engineering, vol.74, p1-7.

TANGUY, P.A, BERTRAND, F., LABRIE, R. et BRITO-DE LA FUENTE, E. (1996 b). Numerical modelling of the mixing of viscoplastic slurries in a twin-blade planetary mixer, Transactions of the Institution of Chemical Engineers, vol.74 part A, 499-504.

TATTERSALL, G.H. (1955). British Journal of Applied Physics, vol.6, 165 (d'après Atzeni 1986).

TATTERSON, G.B. (1991). Fluid Mixing & Gas Dispersion in Agitated Tanks, ed. M<sup>c</sup> Graw Hill.

TATTERSON, G.B. (1994). Scale-Up and Design of Industrial Mixing Processes, ed. M<sup>c</sup> Graw Hill.

TOUGUI, A. et SIGLI, D. (octobre 1994). Essais rhéométriques de caractérisation de la thixotropie de produits industriels, Cahiers de Rhéologie, vol. 13, n°1,2, 48-52.

TRITTON, D.J. (1988). Physical Fluid Dynamics, Oxford.

ULBRECHT, J.J. et CARREAU, P. (1985). Mixing of Viscous Non-Newtonian Liquids, in

Mixing of Liquids by Mechanical Agitation.

Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry (1991). 5<sup>ème</sup> édition.

USUI, H. (1995), A thixotropy model for coal-water mixtures. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, vol. 60, 259-295.

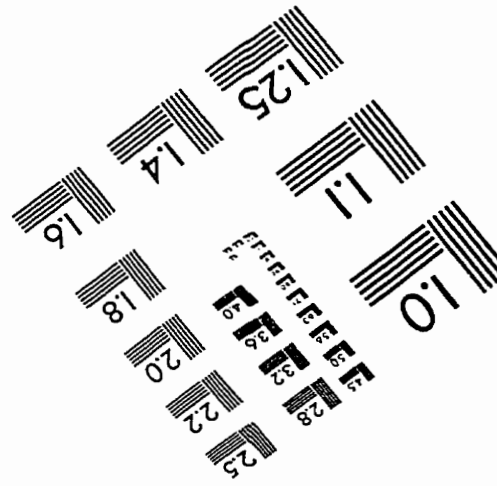
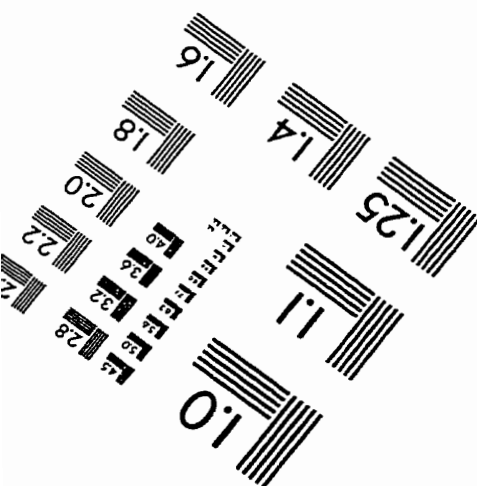
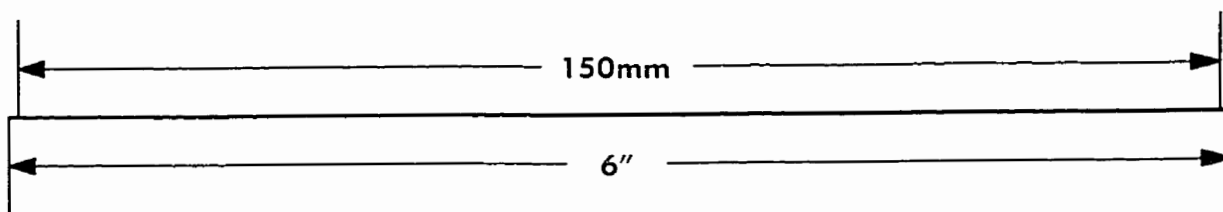
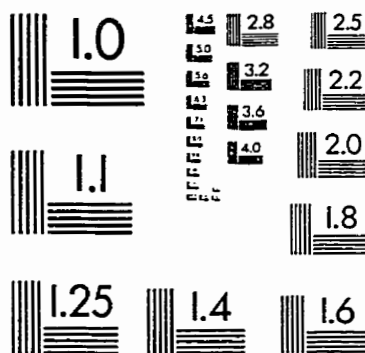
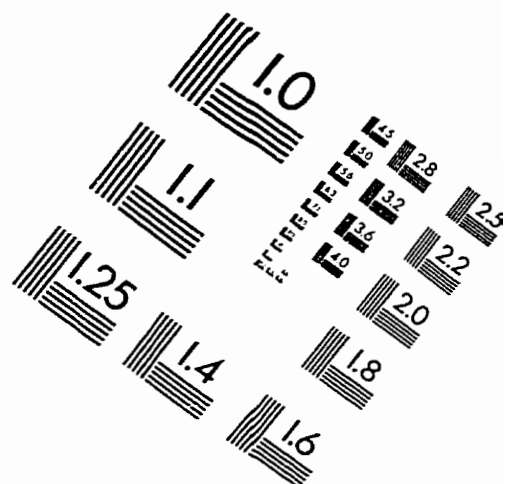
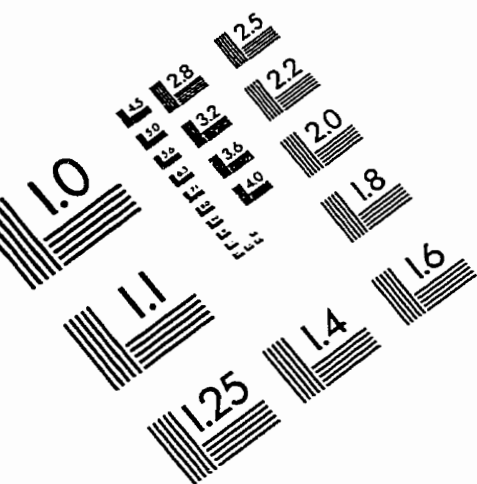
VIDAL, D. (1996). Modélisation numérique des écoulements dans une coucheuse de type SDTA, mémoire de maîtrise, Ecole Polytechnique de Montréal.

WICHTERLE, K. et WEIN, O. (1975). Congress CHISA 75, Lecture B 4.6, Prague (d'après Wichterle 1981).

WICHTERLE, K. et WEIN, O. (1981). Threshold of mixing of non-Newtonian liquids, International Chemical Engineering, vol.21 n°1, 116-120.

ZHANG, X.M. et NGUYEN, Q.D. (1996). Movement of the yield boundary of time-dependent yield stress fluids in Couette flow, Proceedings of the XII<sup>th</sup> International Congress on Rheology, Québec, 560.

# IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE, Inc  
1653 East Main Street  
Rochester, NY 14609 USA  
Phone: 716/482-0300  
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved